Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

UNTER MITWIRKUNG DER FACHGRUPPE ANALYTISCHE CHEMIE
DER GESELLSCHAFT DEUTSCHER CHEMIKER
VERTRETEN DURCH
H. KIENITZ W. KOCH H. LUTHER H. SPECKER

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

169. BAND, 6. (SCHLUSS-)HEFT
MIT 10 ABBILDUNGEN IM TEXT
(ABGESCHLOSSEN AM 21. OKTOBER 1959)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG
J.F. BERGMANN · MÜNCHEN
1959

Z. analyt. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C.W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C.W. Kreidel, und München, J. F. Bergmann, Band 63—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind. Der Autor verpflichtet sich, sie auch nachträglich nicht an anderer Stelle zu publizieren. Mit der Annahme des Manuskriptes und seiner Veröffentlichung durch den Verlag geht das Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder einschließlich des Rechts der fotomechanischen Wiedergabe oder einer sonstigen Vervielfältigung an den Verlag über. Jedoch wird gewerblichen Unternehmen für den innerbetrieblichen Gebrauch nach Maßgabe des zwischen dem Börsenverein des Deutschen Buchhandels e.V. und dem Bundesverband der Deutschen Industrie abgeschlossenen Rahmenabkommens die Anfertigung einer fotomechanischen Vervielfältigung gestattet. Wenn für diese Zeitschrift kein Pauschalabkommen mit dem Verlag vereinbart worden ist, ist eine Wertmarke im Betrage von DM 0,30 pro Seite zu verwenden. *Der Verlag läßt diese Beträge den Autorenverbänden zufließen.*

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als 1½ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin-Wilmersdorf, Heidelberger Platz 3
Fernsprecher 830301

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 169 — (Schluß-)Heft 6

Inhaltsverzeichnis

Originalabhandlungen

Seite

Malissa, H., und S. Gomišček, Beiträge zur Extraktion von Metallcarbaminaten aus stark sauren Lösungen 401

Halfter, G., Verfahren zur praktischen Auswertung von Chromatogrammen mit Hilfe von Diapositiven. Mit 1 Textabbildung 404

Kainz, G., und L. Hainberger, Über die Verwendbarkeit verschiedener Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung. Mit 3 Textabbildungen 406

Bode, H., und F. Neumann, Untersuchungen über disubstituierte Dithiocarbamidate. VII. Mitteilung. Die Beständigkeit der Diäthyldithiocarbamidsäure beim Schütteln von CCl_4- und $CHCl_3$-Lösungen des Diäthylammonium-diäthyldithiocarbamidats mit wäßrigen Mineralsäuren. Mit 2 Textabbildungen 410

Schinzel, S., Bestimmung von ÄDTA neben kondensierten Phosphaten 416

Sastri, T. P., and G. Gopala Rao, Use of Brucine as an Oxidation-Reduction Indicator in Cerimetry 422

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Aus dem Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf,
und dem Metalurški institut, Ljubljana, Jugoslavien

Beiträge zur Extraktion von Metallcarbaminaten aus stark sauren Lösungen

Von
H. Malissa und S. Gomiščck

(Eingegangen am 24. April 1959)

Bekanntlich bilden die Natrium- und Ammoniumsalze der disubstituierten Carbaminsäure mit zahlreichen Metallionen charakteristisch gefärbte, in Wasser wenig, in organischen Lösungsmitteln hingegen meist gut lösliche Komplexverbindungen[3]. Die Extrahierbarkeit dieser metallorganischen Verbindungen ist schon des öfteren mehr oder weniger eingehend studiert worden, wobei besonders Diäthyl- und Pyrrolidindithiocarbaminate herangezogen worden sind[1,2,5–11]. — Wegen der raschen Zersetzung dieser Carbaminate bei sehr niedrigen p_H-Werten ist fast ausschließlich eine Extraktion in p_H-Bereichen von 3 und höher empfohlen und angezweifelt worden, ob im stark sauren Milieu eine quantitative Extraktion überhaupt möglich ist[1]. Černichov u. Dobkina[2] haben die Extrahierbarkeit von Metall-Diäthyldithiocarbaminaten bei p_H-Werten zwischen 1 und 3 eingehender studiert und dabei gefunden, daß sich z.B. Blei Wismut, Nickel, Vanadium, Eisen und andere praktisch vollständig, Arsen, Antimon, Wolfram, Silber und einige andere jedoch nur unvollständig mit Äthylacetat ausziehen lassen. Lounamaa[4] gibt eine Arsenbestimmungsmethode an, wobei das Arsen aus stark flußsaurer Lösung mit Diäthylammoniumdiäthyldithiocarbaminsäure ausgeschüttelt wird.

Um die Hydrolyse auch ohne organische oder anorganische Komplexbildner zu verhindern, wird in der analytischen Chemie häufig das Arbeiten im stark salz-, schwefel- oder perchlorsaurem Medium angestrebt. Daher war es naheliegend, daß wir uns im Verlaufe unserer Untersuchungen über die Extrahierbarkeit von Diäthyl- und insbesondere Pyrrolidinthiocarbaminaten auch mit deren Verhalten im extrem sauren Milieu befaßten, wobei vorwiegend Salzsäure, teilweise aber auch Schwefel-, Perchlor-, Phosphor- und Essigsäure berücksichtigt wurden.

Die allgemeine Arbeitsweise war kurz folgende: In einem 100 ml fassenden Scheidetrichter wurden jeweils 25 ml der in Betracht gezogenen Säure einpipettiert, 1 ml Kation-Standardlösung (1 mg/ml) wurde zugefügt, die Lösung wurde mit 5 ml 1%iger wäßriger Natriumdiäthyl- bzw. Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminatlösung versetzt, kurz umgeschwenkt und nach etwa 2 min mit 20 ml Chloroform 5 min lang kräftig ausgeschüttelt. Nach 15 min wurde die organische Phase abgelassen, Chloroform verdampft, das Metallcarbaminat mit konzentrierter Salpetersäure

Tabelle

Element	Natrium-diäthyldihio-carbaminat		Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat																	
	HCl		HCl										$HClO_4$		H_3PO_4		H_2SO_4		CH_3COOH	
	0,1 n		6 n		1 n		0,1 n		p_H 2		p_H 3		1 n		1 n		1 n		1 n	
	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o	w	o
Fe	1	100	55	45	34	66	26	73	0	100	0	100	57	42	1	100	26	75	1	100
Co	0	100	85	16	60	41	0	100	0	100	0	100	40	60	0	100	40	60	0	100
Ni	2	98	10	90	0	100	0	100	0	100	0	99	0	99	1	98	1	99	0	100
V	2	99	79	22	32	70	3	97	0	100	0	100	45	54	28	70	50	50	0	100
Cr	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	97	0
Mn	100	0	98	Sp.	100	0	100	0	100	0	98	0	100	0	98	0	100	0	99	0
Cu	0	100	0	99	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100
Zn	75	24	—	22	—	—	—	80	5	95	0	102	94*	8	20*	80	—	--	—	99
Cd	56	43	100	—	80	20	64	36	80*	20	82*	18	55*	35	80	20	56	46	100	0
As	0	100	5	93	0	100	0	100	0	99	0	100	0	98	0	100	0	100	0	100
Sb	1	99	1	99	1	99	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	0	100	—	—
Bi	13	85	5	90	0	100	0	100	0	98	0	99	0	99	0	100	0	100	0	100
Sn	—	97	6	96	3	96	2	97	2	96	0	96	3	98	—	—	3	96	0	98
Pb	0	100	—	—	—	96	0	100	0	100	0	100	0	100	0	98	0	98	0	100

Anmerkungen: w = wäßrige Phase; o = organische Phase; — = nicht bestimmt; * = Ergebnisse schwanken; Sp = Spuren.

bzw. mit einer Mischung von konzentrierter Schwefelsäure und Wasserstoffperoxyd versetzt. Die Metallmenge wurde mit geeigneten photometrischen oder anderen analytischen Methoden bestimmt. In der wäßrigen Phase wurde das überschüssige Reagens wie oben angegeben zersetzt, die Lösung zur Trockne eingedampft und das Metall nach Wiederaufnahme des Rückstandes mit entsprechenden Methoden erfaßt.

In der Tabelle sind für einige Elemente, die in der Eisen- und Leichtmetallanalyse eine größere Rolle spielen, die Extraktionsergebnisse zusammengefaßt.

Aus dieser Tabelle ist u.a. zu ersehen, daß

1. bei etwa p_H 1 die mit Diäthyldithiocarbaminat erzeugten Verbindungen von Eisen, Kobalt, Nickel, Vanadium, Kupfer, Arsen, Antimon, Zinn und Blei praktisch quantitativ mit Chloroform extrahiert werden können.

2. allgemein ein Ansteigen der Extrahierbarkeit mit steigendem p_H zu erkennen ist, wobei es besonders bemerkenswert erscheint, daß sich z.B. Kupfer, Antimon und Zinn mit Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat auch aus 6 n Salzsäure praktisch vollständig erfassen lassen und daß bei ungefähr p_H 3 lediglich Chrom, Mangan und Cadmium nicht extrahierbar sind. Bei Cadmium ist die Extrahierbarkeit durch die geringe Löslichkeit des Cadmiumcarbaminates in Chloroform begrenzt.

3. das Arbeiten in perchlorsaurem oder phosphorsaurem Medium hin sichtlich der Extrahierbarkeit keine Vorteile bringt. Lediglich 1 n Essigsäure, die aber bereits ein p_H von über 2 aufweist, erlaubt mit Ausnahme von Chrom, Mangan und Cadmium eine vollständige Extraktion.

Diese Arbeit, die sich auch noch mit der Löslichkeit der Carbaminate in organischen und anorganischen Lösungsmitteln befaßt, wird fortgesetzt.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, daß sich viele Elemente sowohl mit Natriumdiäthyl- als auch mit Ammoniumpyrrolidindithiocarbaminat in Chloroform auch aus stark saurem Milieu gut ausschütteln lassen.

Für die Mitarbeit bei den Extraktionsversuchen danken wir Fräulein Dipl. Ing. Peterlin Andreja herzlich.

Literatur

[1] Bode, H.: diese Z. **142**, 414 (1954); **143**, 182 (1954); **144**, 166 (1955). — [2] Černichov, Ju. A., u. B. M. Dobkina: Zavodskaja Laborat. **15**, 1143 (1949); vgl. diese Z. **132**, 282 (1951). — [3] Gleu, K., u. G. Schwab: Angew. Chem. **62**, 320 (1950); vgl. diese Z. **134**, 37 (1951/52). — [4] Lounamaa, K.: diese Z. **146**, 422 (1955). — [5] Malissa, H., u. F. F. Miller: Mikrochem. verein Mikrochim. Acta **40**, 63 (1952); vgl. diese Z. **143**, 364 (1954). — [6] Malissa, H., u. E. Schöffmann: Mikrochim. Acta **1955**, 188; vgl. diese Z. **150**, 280 (1956). — [7] Martin, A. E.: Analyt. Chemistry **25**, 1260 (1953). — [8] Miller, F. F., K. Gedda u. H. Malissa: Mikrochem. verein. Mikrochim. Acta **40**, 373 (1953); vgl. diese Z. **142**, 381 (1954). — [9] Schöffmann,

E., u. H. Malissa: Arch. Eisenhüttenwes. **28** 623 (1957); vgl. diese Z. **161**, 390 (1958). — [10] Šedivec, V., u. J. Flek: Chem. Listy **52**, 545 (1958). — [11] Wever, F., W. Koch u. H. Malissa: Forschungsber. des Wirtschafts- und Verkehrsmin. NRW, Nr. 229 (1955).

Prof. Dr. H. Malissa, Max-Planck-Institut für Eisenforschung, Düsseldorf, August-Thyssen-Straße 1

J. R. Geigy AG., Grenzach/Baden

Verfahren zur praktischen Auswertung von Chromatogrammen mit Hilfe von Diapositiven

Von

G. Halfter

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 27. April 1959)

Die Chromatographie hat für die Kontrolle der Reinheit von Zwischenprodukten für die Farbstoffherstellung eine sehr große Bedeutung erlangt. Die quantitative Auswertung ist indes noch immer sehr schwierig. Im folgenden sei eine Methodik beschrieben, die es gestattet, Nebenprodukte im Hauptprodukt auf eine neue Art zu bestimmen.

Bei chemischen Umsetzungen ist es oft von großer Wichtigkeit, den Verlauf dieser Reaktionen mit Hilfe der Papierchromatographie festzustellen und die Menge der nicht zur Reaktion gelangten Stoffe möglichst quantitativ zu erfassen. Bisher ging man im allgemeinen so vor, daß man die gesuchte Substanz in steigenden Konzentrationen zufügte, so daß man einen direkten Vergleich mit der zu prüfenden Substanz im Chromatogramm anstellen konnte. Diese „Steigerungsversuche" lassen einen Schluß zu, welche Mengen nicht ungesetzter Stoffe im Hauptversuch vorliegen. Diese Art der Bestimmung hat den Nachteil, daß man jedes Mal die Steigerungen frisch ansetzen muß, da die Chromatogramme nicht haltbar sind, sondern mehr oder weniger rasch an der Luft verblassen. Um diese Arbeit einzusparen und zudem einen noch besseren Vergleich durchführen zu können, wurde folgende photochromatographische Methode entwickelt.

Die zu prüfenden Stoffe, die bei den Umsetzungen noch in geringer Menge vorhanden sind, werden in steigenden Konzentrationen mit reiner Ware chromatographiert, danach gekuppelt[1] und farbig photographiert. Dabei werden die Konzentrationen auf dem Blatt vermerkt und ein Maßstab mitphotographiert. Zur Auswertung der üblichen Chromatogramme,

[1] Oder durch eine andere Reaktion sichtbar gemacht.

werden diese in eine Vorrichtung gespannt, die eine Verschiebung in horizontaler und vertikaler Richtung zuläßt.

Die auf die eben erwähnte Art hergestellten Diapositive werden nun mit Hilfe eines Projektors auf diese Vorrichtung projiziert und direkt verglichen. Durch die Mitaufnahme eines Maßstabes ist ein Größenvergleich mit dem Original möglich. Durch Veränderung des Abstandes des Projektors vom Schirm läßt sich sehr leicht erreichen, daß die Größe des Diapositivbildes mit dem normalen Chromatogramm übereinstimmt. Nun wird auf einfache Weise der Fleck (Intensität und Größe) auf dem Diapositivbild herausgesucht, der mit dem Chromatogramm am besten übereinstimmt und so die Konzentration des gesuchten Stoffes ermittelt.

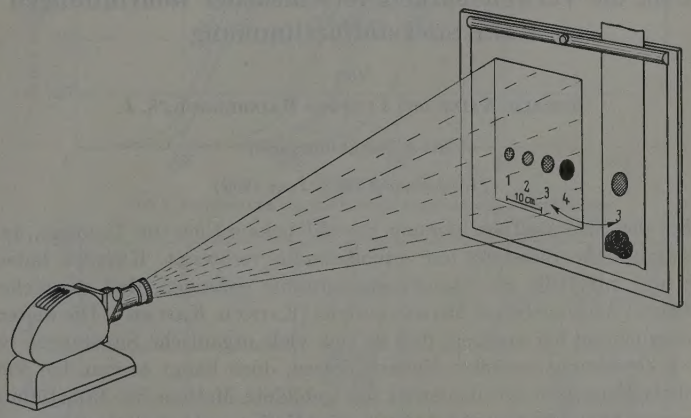


Abb. 1. Apparat zur photographischen Auswertung von Chromatogrammen

Die Menge der angesetzten Substanz muß in einem Konzentrationsbereich liegen, in dem man die Unterschiede der verschiedenen Flecke gut erkennen kann, was durch eine Versuchsreihe unschwer zu ermitteln ist.

Allgemein ist diese „Photochromatographie" anwendbar für alle Fälle, wo die gesuchten Substanzen fertig fixiert werden können, sei es durch Kupplung oder Sichtbarmachung durch andere Reagentien. Besonders dort ist dieses photographische Verfahren angebracht, wo die Farben auf dem Papier sehr rasch verblassen, was sehr oft der Fall ist.

Die Anordnung des ganzen Verfahrens ist aus Abb. 1 deutlich ersichtlich. Es wurden auch Versuche angestellt im UV-Licht fluorescierende Stoffe farbig zu photographieren und die daraus hergestellten Diapositive an die Leinwand zu werfen. Dabei ist es aber schwierig, einen Vergleich auf die oben gezeigte Art mit einem Chromatogramm anzustellen, weil zusätzlich eine UV-Lampe notwendig ist, deren Helligkeit auf die Intensität des projizierten Bildes abgestimmt werden müßte.

Zusammenfassung

Die beschriebene photochromatographische Methode gestattet in einfacher Weise die Konzentration von Nebenprodukten in Chromatogrammen zu bestimmen. Es wird lediglich ein handelsüblicher Projektor nebst photographischen Testaufnahmen benötigt.

Dr. G. Halfter, J. R. Geigy AG., Grenzach/Baden

Aus dem II. Chemischen Institut der Universität Wien

Über die Verwendbarkeit verschiedener Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung

Von

Gerald Kainz und Leopold Hainberger, S. J.

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Juni 1959)

Bei der Stickstoffbestimmung besteht bekanntlich die Tendenz, daß die organische Substanz nur unvollständig verbrennt. Kürzlich haben wir nun mit Hilfe der Gaschromatographie gefunden, daß in solchen Fällen im Azotometergas Methan auftritt (Kainz u. Kasler[1]). Die weitere Untersuchung hat ergeben, daß an sich viele organische Substanzen bei ihrer Zersetzung zunächst Methan liefern, doch hängt es von den Versuchsbedingungen ab, inwieweit das gebildete Methan die Rohrfüllung unzersetzt verläßt. Selbst bei 700 °C wird Methan gelegentlich nicht quantitativ oxydiert.

Die quantitative Oxydation von Methan ist jedoch sowohl bei der Stickstoffbestimmung als auch bei der C—H-Bestimmung unerläßlich; denn sonst entsteht im ersten Fall ein Plus-Fehler, im zweiten Fall ein Minus-Fehler. In einer früheren Arbeit haben wir nun gezeigt, daß für die Oxydation von Methan die Temperatur der Rohrfüllung sowie die Strömungsverhältnisse bei der Verbrennung entscheidend sind (Kainz u. Hainberger[2]). In der vorliegenden Arbeit berichten wir darüber, inwieweit man durch Änderung der Rohrfüllung günstigere Bedingungen für die Oxydation von Methan schaffen kann.

Für die Untersuchung stellten wir Rohrfüllungen mit verschiedenen Oxyden (CuO, NiO, Co_3O_4, MnO_2, Pb_3O_4 und Mn_3O_4) her und leiteten bei verschiedenen Temperaturen eine gemessene Menge Methan darüber. Die Strömungsgeschwindigkeit des Spülgases (Kohlendioxyd) wurde dabei konstant auf 4 ml/min gehalten. Der unverbrannte Anteil von Methan wurde gasvolumetrisch bestimmt. Abb. 1 zeigt die Ergebnisse.

Demnach wird von jeder Rohrfüllung eine S-förmige Kurve erhalten, wenn man die Menge des verbrannten Methans gegen die Temperatur aufträgt. Die einzelnen Kurven liegen annähernd parallel zueinander, so daß eine Klassifizierung der Rohrfüllungen möglich ist. Die wirksamste Rohrfüllung ist das von TER MEULEN[4] vorgeschlagene Mangandioxyd. Dann folgen Pb_3O_4, Co_3O_4 und CuO. Am wenigsten aktiv ist NiO.

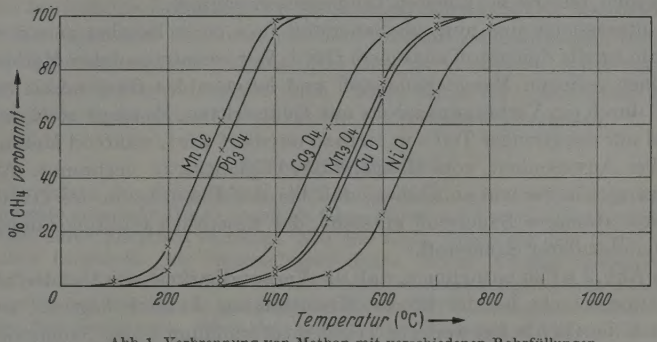


Abb. 1. Verbrennung von Methan mit verschiedenen Rohrfüllungen

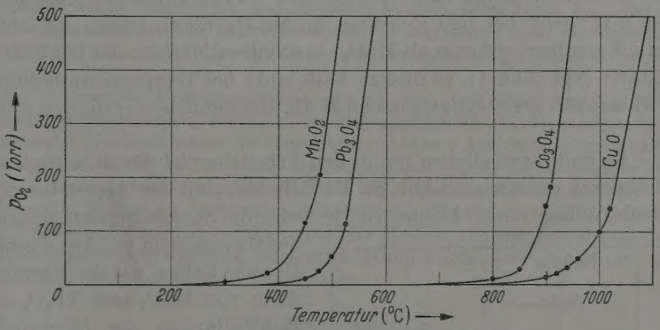


Abb. 2. Sauerstoff-Partialdruck verschiedener Oxyde

Aus Abb. 1 können wir auch entnehmen, welche Temperatur erforderlich ist, damit bei der jeweiligen Rohrfüllung eine quantitative Oxydation erreicht wird. Die Temperatur beträgt bei MnO_2 etwa 420° C, bei Pb_3O_4 450° C, bei Co_3O_4 660° C, bei CuO 750° C und bei NiO 850° C. Diese Werte gelten allerdings nur für die meist übliche Strömungsgeschwindigkeit von 4 ml/min. Bei Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit muß man, wie wir früher[2] ausgeführt haben, auch die Ofentemperatur erhöhen.

Um eine Erklärung dafür zu finden, wie die Parallelverschiebung der S-förmigen Kurven in Abb. 1 zustande kommt, haben wir die Sauerstoffpartialdrucke der einzelnen Oxyde, soweit sie zugänglich sind (vgl.[4]),

herangezogen (Abb. 2). Ein Vergleich der beiden Abbildungen zeigt, daß die Wirksamkeit der Rohrfüllung vom O_2-Partialdruck des Oxyds abhängt. Die Oxydation setzt bereits bei Temperaturen ein, wo der O_2-Partialdruck noch in der Größenordnung von einigen Torr liegt. Der zur quantitativen Oxydation von Methan erforderliche O_2-Partialdruck ist jedoch bei Oxyden, die bei tieferer Temperatur wirksam sind, größer als bei Oxyden, die erst bei höheren Temperaturen wirken.

Es interessierte uns nun, ob Sauerstoff (aus einer Bombe) genau so wirksam ist wie Sauerstoff aus einem Oxyd. Wir versetzten daher Methan mit einer geringen Menge Sauerstoff und leiteten das Gasgemisch bei 420° C durch ein Verbrennungsrohr mit Quarzfritten. Es zeigte sich, daß hierbei nur ein geringer Teil von Methan oxydiert wird, während Methan z. B. bei Anwesenheit von Mangandioxyd quantitativ verbrennt. Als Erklärung können wir annehmen, daß bei der Dissoziation des Oxyds zunächst atomarer Sauerstoff entsteht, der wesentlich reaktionsfähiger ist als molekularer Sauerstoff.

Aus Abb. 2 ist zu entnehmen, daß die Verwendbarkeit von Oxyden als Oxydationsschicht bei der Stickstoffbestimmung dadurch begrenzt ist, daß sich die Oxyde bei weiterer Temperaturerhöhung unter Sauerstoffabgabe zersetzen, wobei zum Teil niedere Oxyde entstehen. Mangandioxyd z. B. geht bei 520° C völlig in Mn_3O_4 über. Dieses ist aber wesentlich weniger wirksam als MnO_2; es oxydiert Methan erst bei 750° C quantitativ (vgl. Abb. 1). In diesem Falle sinkt bei Temperaturerhöhung die Wirksamkeit der Oxydationsschicht ab. Ein ähnliches Verhalten zeigt Pb_3O_4.

Diese Befunde ermöglichen somit, den Arbeitsbereich für die einzelnen Rohrfüllungen anzugeben (Abb. 3). Es fällt auf, daß der Arbeitsbereich einer Rohrfüllung um so kleiner ist, je tiefer die Zersetzungstemperatur der Oxydschicht ist. Aus diesem Grunde halten wir die Verwendung von MnO_2 und Pb_3O_4 als Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung für nicht zweckmäßig. Am günstigsten scheint uns das von Večeřa, Šnobl u. Synek[5] vorgeschlagene Co_3O_4. Dieses oxydiert Methan bei 660° C bereits quantitativ und wird bei dieser Temperatur noch nicht merklich zersetzt. Es kann somit längere Zeit verwendet werden, bevor es im Sauerstoffstrom regeneriert werden muß. Kupferoxyd ist nicht so günstig wie Co_3O_4, da die untere Grenze des Arbeitsbereiches um etwa 90° C höher liegt.

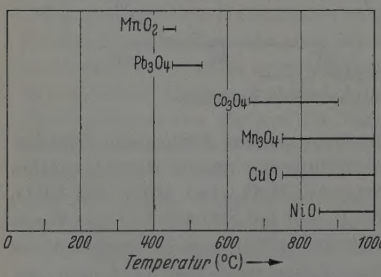


Abb. 3. Arbeitsbereich verschiedener Rohrfüllungen

Es mag jedoch vielfach deswegen gewählt werden, weil es in gekörnter Form leichter zugänglich ist.

Eine Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit über 4 ml/min bedingt auch bei Co_3O_4 eine Verschiebung der S-förmigen Kurve in Abb. 1 (S. 407) nach höheren Temperaturen. Man muß dann zwangsläufig die Temperatur der Rohrfüllung erhöhen. Wie wir gefunden haben[2], tritt bei der Analyse eine beachtliche Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit innerhalb der Verbrennungszone ein, wenn man die Probe mit gleichförmigem Brennervorschub automatisch vergast. Um dies zu vermeiden, wird man die organische Probe individuell nach Pregl unter Anwendung der automatischen Relaissteuerung (Kainz u. Hainberger[2]) vergasen.

Experimenteller Teil

Herstellung der Rohrfüllungen. Von MnO_2, Mn_3O_4 und CuO wurden körnige Präparate verwendet. Pb_3O_4 stand als feines Pulver zur Verfügung und wurde mit Asbest durch Schütteln vermengt. NiO und Co_3O_4 wurde aus dem Nitrat durch Glühen hergestellt. Als Trägersubstanz diente Asbest. Anfangs versetzten wir 1,5 Teile Kobalt- bzw. Nickelnitrat mit einem Teil Asbest, fügten etwas Wasser zu, dampften zur Trockne ein und glühten auf etwa 700° C. Es zeigte sich, daß Asbest diese Ionen aufnimmt, wobei sich Kobalt- bzw. Nickelsilicat bildet. Wir haben daher später 3,5 Teile des wasserhaltigen Nickel- bzw. Kobaltnitrats geschmolzen, einen Teil Asbest eingetragen und verglüht. In allen Fällen (mit Ausnahme von NiO) wurde am Ende der Rohrfüllung eine Schicht mit Kupfer angebracht, um gegebenenfalls Sauerstoff, der bei Zersetzung der Rohrfüllung entstand, zu absorbieren.

Bestimmung der Verbrennungsquote von Methan. Die Apparatur bestand aus Kohlendioxydentwickler, Blasenzähler, Mikrogasbürette, Verbrennungsrohr und Azotometer. Zunächst wurde die Gasbürette mit etwa 1,5 ml Methan beschickt und das Volumen auf Mikroliter genau abgelesen. Dann wurde die Gasbürette an die Verbrennungsapparatur angeschlossen und die Apparatur mit Kohlendioxyd luftfrei gespült. Sobald im Azotometer Mikroblasen auftraten, wurde das Tempo des CO_2-Stroms auf 4 ml/min reduziert und das Methan von der Gasbürette in das Verbrennungsrohr übergeführt. Nach etwa 30 min wurde das Volumen des unverbrannten Methans im Azotometer abgelesen.

Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wird geprüft, inwieweit sich verschiedene Oxyde als Rohrfüllung für die Stickstoffbestimmung eignen. Zur Testung haben wir Methan herangezogen, da es das resistenteste Bruchstück ist, das beim Abbau organischer Verbindungen entsteht. Die Versuche zeigen, daß die Wirksamkeit der Rohrfüllungen in folgender Weise zunimmt: NiO, CuO, Mn_3O_4, Co_3O_4, Pb_3O_4 und MnO_2. Die Wirksamkeit der Rohrfüllung hängt, wie ein Vergleich mit den Zersetzungsdrucken der einzelnen Oxyde zeigt, vom Sauerstoffpartialdruck der Rohrfüllung ab. Es wird auch der Arbeitsbereich der einzelnen Rohrfüllungen angegeben. Dieser Bereich liegt zwischen der Temperatur, bei der Methan bereits quantitativ oxydiert wird und der Temperatur, bei der sich das Oxyd zersetzt.

Bei der Zersetzung entstehen niedere Oxyde, die wesentlich weniger aktiv sind als das ursprüngliche Oxyd. Dies gilt besonders für MnO_2 und Pb_3O_4, die sich daher für die Stickstoffbestimmung nicht eignen. Die beste Rohrfüllung ist derzeit das von VEČEŘA vorgeschlagene Co_3O_4, das Methan bei 660° C quantitativ oxydiert und bei dieser Temperatur noch hinreichend stabil ist.

Literatur

[1] KAINZ, G., u. F. KASLER: diese Z. **168**, 425 (1959). — [2] KAINZ, G., u. L. HAINBERGER: diese Z. **169**, 27 (1959). — [3] LANDOLT-BÖRNSTEIN: Physikalisch-chemische Tabellen, 5. Auflage, 2. Band, S. 1405; Verlag J. Springer, Berlin. 1923. — [4] TER MEULEN, H.: Neue Methoden der organischen chemischen Analyse, Leipzig: Akademische Verlagsgesellschaft. 1927. — [5] VEČEŘA, M., D. ŠNOBL u. L. SYNEK: Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 9; vgl. diese Z. **163**, 384 (1958).

Univ.-Dozent Dr. GERALD KAINZ,
II. Chemisches Institut der Universität, Wien IX (Österreich), Währinger Straße 38

Aus dem anorganisch-chemischen Institut der Technischen Hochschule Hannover

Untersuchungen über disubstituierte Dithiocarbamidate

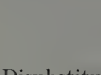
VII. Mitteilung*

Die Beständigkeit der Diäthyldithiocarbamidsäure beim Schütteln von CCl_4- und $CHCl_3$-Lösungen des Diäthylammonium-diäthyldithiocarbamidats mit wäßrigen Mineralsäuren

Von
HELMUT BODE und FRIEDRICH NEUMANN**

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 4. Juni 1959)

Disubstituierte Dithiocarbamidsäuren der allgemeinen Formel  zerfallen, wie bekannt, in wäßrigen mineralsauren Lösungen verhältnismäßig rasch[1,4,5,10]. Sind die Substituenten R und R′ Alkyl- oder Arylreste, so sind die Halbwertzeiten des Zerfalls bei Zimmertemperatur meist von der Größenordnung 5—20 sec [6].

Nun ist aus Untersuchungen verschiedener Autoren bekannt[3,7–9], daß eine Reihe von Kationen auch in mineralsauren Lösungen mit Diäthyl-DTC (DTC = Dithiocarbamidsäure bzw. Dithiocarbamidat) Komplexe

* VI. Mitteilung: H. BODE und K.-J. TUSCHE, diese Z. **157**, 414 (1957).

** Erweiterte Fassung eines auf der Tagung der Gesellschaft Deutscher Chemiker, Fachgruppe „Analytische Chemie", am 25. Oktober 1958 in Marburg an der Lahn gehaltenen Vortrages.

bilden und aus solchen Lösungen zum Teil quantitativ extrahiert werden können. Das Reagens ist dabei entweder als Na-salz in die wäßrige saure Probelösung gegeben[3,7] oder als Diäthylammonium-diäthyl-DTC in $CHCl_3$ verwendet worden[8,9]. Im ersten Fall muß man verhältnismäßig große Reagensmengen anwenden, da ein beträchtlicher Anteil davon bis zum Beginn der Extraktion in der wäßrigen sauren Lösung bereits zerfallen ist, während beim Arbeiten mit dem in organischem Lösungsmittel gelösten Reagens anscheinend eine geringere Menge genügt.

Die Chelatkomplexe zahlreicher organischer Reagentien, die in der Analyse verwendet werden, sind nicht stabil genug, um sich auch noch in mineralsauren Lösungen zu bilden. Man sollte deshalb annehmen, daß die durch die Arbeiten der zitierten Autoren aufgezeigte Möglichkeit, Diäthyl-DTC zu Trennungen und Bestimmungen in mineralsauren Lösungen zu verwenden, allgemeineres Interesse gefunden hätte. Wie aber die zahlreichen Veröffentlichungen über die Anwendung dieses Reagenses zeigen, wird die Arbeit in alkalischen oder höchstens schwach sauren Lösungen ganz überwiegend vorgezogen. Dabei nimmt man den Nachteil in Kauf, daß Hilfskomplexbildner zugesetzt werden müssen, um Störungen durch schwerlösliche Hydrolyseprodukte zu vermeiden. Der Hauptgrund dafür, daß mit mineralsauren Lösungen nicht so oft gearbeitet wird, liegt wohl darin, daß über die Beständigkeit des Reagenses unter diesen Bedingungen zu wenig bekannt ist. Wir haben deshalb die Zersetzungsgeschwindigkeit von Diäthylammonium diäthyl-DTC-Lösungen in CCl_4 und $CHCl_3$ untersucht und dabei sowohl den Einfluß der Schütteldauer als auch den von Art und Konzentration der verwendeten Säure geprüft.

A. Die Zerlegung des Salzes

Versuchsdurchführung. 30 ml CCl_4, die 10—20 mg Diäthylammoniumdiäthyl-DTC* enthalten, werden wenige Sekunden mit dem gleichen Volumen 1 n Salzsäure von Hand geschüttelt. Nach der Phasentrennung wird die organische Phase mit 30 ml einer wäßrigen Lösung geschüttelt, die durch Zugeben von $NaHCO_3$ auf $p_H \sim 8{,}5$ gebracht worden ist und die 10 mg Ni (als $NiSO_4$ zugegeben) enthält. Nach einer Schütteldauer von 5 min wird der Gehalt der organischen Phase an Diäthyl-DTC durch Messen der Extinktion des gebildeten $Ni(DTC)_2$ bei 430 nm bestimmt. Die salzsaure wäßrige Phase wird durch Zusatz von NaOH alkalisch gemacht, das Diäthylamin im Wasserdampfstrom abdestilliert und acidimetrisch bestimmt.

Ergebnisse. Nach einer Schütteldauer von wenigen Sekunden wird als Diäthylammoniumsalz eingesetzte Diäthyl-DTC innerhalb des Bestimmungsfehlers quantitativ im CCl_4 gefunden. In der wäßrigen salzsauren Phase befindet sich für jedes Mol von eingesetztem Diäthylammo-

* Darstellung von Diäthylammonium-diäthyl-DTC: 20 g Diäthylamin werden in 40 ml Äther gelöst. Unter Kühlen und Rühren läßt man tropfenweise eine Lösung von 10 g CS_2 in 40 ml Äther zulaufen. Unter Erwärmung bildet sich das Reagens, das aus Äther umkristallisiert wird; es ergibt farblose Nadeln.

niumdiäthyl-DTC 1 Mol Diäthylamin. Demnach wird das Salz beim Schütteln mit Säure praktisch augenblicklich zerlegt und zwar derart, daß undissoziiertes Diäthylammonium-DTC in der organischen Phase verbleibt, während der Teil des Amins, der die Base des eingesetzten Salzes bildet, in die wäßrige Phase übergeht. Die organische Reagenslösung, mit der man arbeitet, ist demnach eine Lösung der freien Säure.

B. Die Zersetzung der Säure

Versuchsdurchführung. 15—25 mg Diäthylammonium-diäthyl-DTC werden in 30 ml CCl_4 bzw. $CHCl_3$ gelöst. Die Lösung wird in einem birnenförmigen 100 ml-Scheidetrichter bei Zimmertemperatur mit dem gleichen Volumen wäßriger Säure auf der Schüttelmaschine kräftig geschüttelt. Art und Konzentration der Mineralsäure sowie die Schütteldauer werden variiert. Nach Beendigung des Schüttelns wird die organische Phase unverzüglich in einen zweiten Scheidetrichter abgelassen, in dem sich 30 ml einer mit $NaHCO_3$ auf $p_H \sim 8{,}5$ eingestellten wäßrigen Lösung befinden; sie enthält 10 mg Ni oder Cu (als Sulfat zugegeben). Nach einer Schütteldauer von 5 min wird die organische Phase erneut abgetrennt und in ihr die gebildete Menge an $Ni(DTC)_2$ bzw. $Cu(DTC)_2$ durch Messung der Extinktion bei 430 nm bzw. 600 oder 436 nm bestimmt. Hieraus ermittelt man die nach Beendigung des Schüttelns mit der wäßrigen Säure noch unzersetzte Menge an Diäthyl-DTC.

Ergebnisse

a) Einfluß der Schütteldauer und des organischen Lösungsmittels

Das zeitliche Fortschreiten der Zersetzung geht aus Abb. 1 hervor. Die Versuche sind sämtlich mit 1 n Salzsäure als wäßriger Phase durchgeführt. Als Lösungsmittel dient CCl_4 (Kurve *a*) bzw. $CHCl_3$ (Kurve *b*).

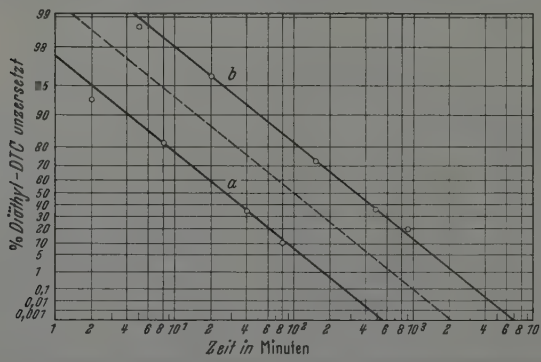


Abb. 1. *Der Zerfall von Diäthyl-DTC in $CHCl_3$- bzw. CCl_4-Lösung beim Schütteln mit 1n Salzsäure.* Versuchsbedingungen: Temperatur ~ 20° C, gleiche Volumina wäßriger und organischer Phase

Aufgetragen ist der nach einer bestimmten Schütteldauer in der organischen Phase noch vorhandene Anteil an unzersetzter Diäthyl-Dithiocarbamidsäure gegen die Zeit.

Logarithmiert man die allgemeine Formel für eine Zersetzungsreaktion 1. Ordnung, $t = \frac{1}{k} \ln \frac{C_o}{C_t}$, so erhält man $\log t = k' + \log \log \frac{100}{\%\,\text{unzersetzt}}$. Dieser Ausdruck zeigt, daß der zeitliche Verlauf aller Reaktionen, die nach der 1. Ordnung verlaufen, durch eine Schar paralleler Geraden wiedergegeben wird, wenn man $\log \log \frac{100}{\%\,\text{unzersetzt}}$ gegen $\log t$ aufträgt. Das ist in Abb. 1 geschehen. Die Zeitachse ist hier logarithmisch eingeteilt, die Ordinate hingegen so, daß die Abstände zwischen zwei Werten für den noch unzersetzten Anteil Diäthyl-DTC (% unzersetzt) der Differenz zwischen den Zahlenwerten der zugehörigen Ausdrücke $\log \log \frac{100}{\%\,\text{unzersetzt}}$ proportional sind. Die den Zersetzungsvorgang charakterisierenden Geraden besitzen dann, wenn die Reaktion nach der 1. Ordnung verläuft, die Neigung der in Abb. 1 gestrichelt gezeichneten Linie (berechnet für eine Zerfallsreaktion nach der 1. Ordnung mit einer Halbwertszeit von 100 min). Wie man sieht, lassen sich sowohl durch die mit CCl_4 (Kurve *a*) als auch durch die mit $CHCl_3$ (Kurve *b*) als Lösungsmittel erhaltenen Meßpunkte Geraden legen, welche dieser Linie parallel sind. Der Zerfall von Diäthyl-DTC verläuft demnach ebenso wie in wäßriger Lösung[1,10] auch dann nach der 1. Ordnung, wenn Lösungen dieser Verbindung in organischen Lösungsmitteln mit wäßrigen Säuren geschüttelt werden.

Aus der bei 0°C gemessenen Halbwertszeit für die Zersetzung von Diäthyl-DTC in mineralsauren Lösungen[6] und der Aktivierungsenergie des Zersetzungsvorganges[6,10] findet man, daß die Halbwertszeit der Zersetzung bei 20°C ungefähr 7 sec beträgt. Demgegenüber sind die Halbwertszeiten, wenn das Reagens in CCl_4 bzw. in $CHCl_3$ gelöst mit wäßriger Mineralsäure geschüttelt wird, um Faktoren von ~230 bzw. ~2700 größer. Bei diesen Zahlen fällt auf, daß sie jeweils von der gleichen Größenordnung sind, wie die Verteilungskoeffizienten Diäthyl-DTC (undissoziiert) bei 20°C zwischen CCl_4 bzw. $CHCl_3$ und Wasser, welche zu 243 bzw. 2360 gefunden worden sind[6].

Die Übereinstimmung ist sogar recht gut, wenn man berücksichtigt, daß die in diesem Abschnitt beschriebenen Versuche bei „Zimmertemperatur" durchgeführt worden sind, so daß die tatsächlichen Temperaturen zwar innerhalb einer Versuchsreihe einigermaßen konstant sind, aber durchaus um einige Grade von 20°C abweichen können. Wir haben nicht beabsichtigt, an die Ergebnisse der hier beschriebenen Versuche irgendwelche Berechnungen anzuschließen, vielmehr sollen nur die Verhältnisse so weit geklärt werden, als das vom praktisch analytischen Standpunkte von Interesse ist. Aus diesem Grunde haben wir auf das Einhalten einer genau definierten Arbeitstemperatur verzichtet.

Die eben erwähnte Übereinstimmung berechtigt aber wohl zu der Annahme, daß beim Schütteln einer Lösung des Reagenses in organischem Lösungsmittel mit wäßriger mineralsaurer Lösung das Ausmaß der

Zersetzung unter den hier gewählten Bedingungen durch denjenigen Anteil von Diäthyl-DTC bestimmt wird, der entsprechend dem sich sehr rasch immer wieder einstellenden Verteilungsgleichgewicht jeweils in der wäßrigen Phase vorliegt. Dieser Anteil zerfällt mit der gleichen Geschwindigkeit, wie sie beim Arbeiten ohne organische Lösungsmittel gemessen wird, wohingegen die Säure während der Zeit ihres Verweilens in der organischen Phase praktisch unzersetzt bleibt.

b) Der Einfluß von Säureart und -konzentration

Abb. 2 zeigt den Einfluß der Säurekonzentration an Salz-, Schwefel- bzw. Salpetersäure auf die Zersetzungsgeschwindigkeit von Diäthyl-DTC, in CCl_4 gelöst. Die Schütteldauer beträgt hier bei allen Versuchen 10 min.

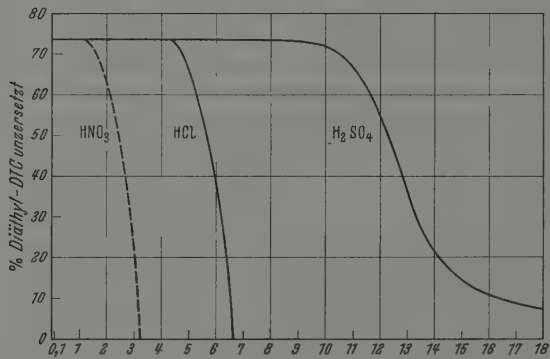


Abb. 2. *Der Einfluß von Säureart und -konzentration auf die Zersetzung von Diäthyl-DTC in CCl_4-Lösung beim Schütteln mit wäßrigen Säuren.* Versuchsbedingungen: Temperatur ~ 20°C, gleiche Volumina wäßriger und organischer Phase, Schütteldauer 10 min

Wie man sieht, ist die Art der anwesenden Säure bei Säurekonzentrationen bis zu 1,5 n ohne erkennbaren Einfluß auf die Zersetzungsgeschwindigkeit. Der zersetzte Anteil liegt in allen Fällen zwischen 25 und 30%.

Beim Arbeiten mit *salzsauren Lösungen* ändert sich die Zersetzungsgeschwindigkeit auch bei einer Steigerung der Säurekonzentration bis zu 4 n nicht. Erhöht man jedoch die Säurekonzentration über diesen Wert hinaus, so verläuft die Zersetzung zunehmend rascher, bis schließlich, wenn mit 7 n Salzsäure gearbeitet wird, schon nach einer Schütteldauer von 1 min kein unzersetztes Reagens mehr nachweisbar ist.

Schüttelt man mit *schwefelsauren Lösungen*, so ist die Zersetzungsgeschwindigkeit sogar bis zu einer Säurekonzentration von 10 n innerhalb der Bestimmungsfehler die gleiche, wie sie für 1 n salzsaure Lösungen gefunden wurde. Erst bei noch höheren Schwefelsäurekonzentrationen

beobachtet man eine Zunahme der Zersetzungsgeschwindigkeit, doch ist selbst beim Schütteln mit 18 n Schwefelsäure Diäthyl-DTC nach 10 min erst zu 90—95% zerfallen. Beim Schütteln mit konzentrierter Schwefelsäure tritt rasche Zersetzung ein.

Gegen *Salpetersäure* ist Diäthyl-DTC offenbar recht empfindlich. Geht man mit der Konzentration merklich über 1 n hinaus, so nimmt die Zersetzungsgeschwindigkeit rasch zu. Dazu ist allerdings zu bemerken, daß bei Versuchen mit 2—3 n salpetersauren Lösungen stark schwankende Werte erhalten worden sind. Während bei einigen Versuchen nach einer Schütteldauer von 10 min erst 60—70% des Reagenses zersetzt sind, läßt sich bei anderen, unter gleichen Bedingungen durchgeführten Versuchen kein unzersetztes Reagens mehr nachweisen. Die HNO_3-Kurve in Abb. 2 ist in dem Bereich der stark streuenden Werte gestrichelt gezeichnet, um ihre Unsicherheit anzudeuten. Die Kurve soll nur den Bereich charakterisieren, in dem nach 10 min langem Schütteln sicher noch eine gewisse Menge an Reagens vorhanden ist. Es steht außer Frage, daß die Zersetzung von Diäthyl-DTC bei Salpetersäurekonzentrationen oberhalb etwa 1 n in zunehmendem Maße durch die oxydierende Wirkung der Salpetersäure verursacht wird und daß deshalb auch ein anderer Reaktionsmechanismus vorliegt.

Zusammenfassung

Es wird gezeigt, daß die durch Säuren verursachte Zersetzung von Diäthyl-DTC beträchtlich langsamer verläuft, wenn man nach dem Vorschlag von Strafford u. Mitarb.[9] zur Extraktion von Kationen aus wäßrigen sauren Lösungen eine Lösung von Diäthylammonium-diäthyl-DTC in einem geeigneten organischen Lösungsmittel verwendet. Die Zerfallsgeschwindigkeit des Reagenses wird dabei um einen Faktor verringert, der von der gleichen Größenordnung ist wie der Verteilungskoeffizient für die Verteilung von Diäthyl-DTC (undissoziiert) zwischen dem verwendeten organischen Lösungsmittel und Wasser. Das gilt für einen Bereich von etwa 0,1 n Säure bis zu etwa 4 n Salzsäure, bzw. 10 n Schwefelsäure oder 1,5 n Salpetersäure. Wird die Reagenslösung mit wäßrigen Säuren höherer Normalitäten geschüttelt, so nehmen die Zersetzungsgeschwindigkeiten mit steigender Säurekonzentration mehr oder weniger rasch zu. Bei Schüttelzeiten von 5—10 min und CCl_4 oder $CHCl_3$ als Lösungsmittel sind bei der Extraktion von Kationen, welche mit Diäthyl-DTC stabile Chelate bilden, aus wäßrigen mineralsauren Lösungen bis zu den erwähnten oberen Konzentrationen hin keine Störungen zu erwarten, die in der Zersetzung des Reagenses ihre Ursache haben. Das wird durch Versuche über das Verhalten einer größeren Zahl von Elementen bei der Extraktion mit solchen Diäthylammonium-diäthyl-DTC-Lösungen bestätigt, über die in der 8. Mitteilung dieser Reihe[2] berichtet werden soll.

Unsere Arbeit wurde durch Gaben der Deutschen Forschungsgemeinschaft und des Verbandes der Chemischen Industrie — Fonds der Chemie — gefördert, wofür auch an dieser Stelle gedankt sei.

Literatur

[1] Bode, H.: diese Z. **142**, 414 (1954). — [2] Bode, H., u. F. Neumann: demnächst. — [3] Černichov, Ju. A., u. B. M. Dobkina: Zawodskaja Laborat. **15**, 1143 (1949); vgl. diese Z. **132**, 282 (1951). — [4] Gleu, K., u. R. Schwab: Angew. Chem. **62**, 320 (1950); vgl. diese Z. **134**, 37 (1951/52). — [5] Martin, A. E.: Analyt. Chemistry **25**, 1260 (1953). — [6] Neumann, F.: Dissertation T. H. Hannover 1959. — [7] Pollard, W.: Bull. Inst. Mining Metallurgy **1938**, 406. — [8] Strafford, N., P. F. Wyatt u. F. G. Kershaw: Analyst **70**, 252 (1945); **78**, 624 (1953); vgl. diese Z. **149**, 205 (1956). — [9] Wyatt, P. F.: Analyst **78**, 656 (1953); **80**, 368 (1955); vgl. diese Z. **149**, 147 (1956); **150**, 303 (1956). — [10] Zuman, P., u. R. Zahradnik: Z. phys. Chem. **208**, 135 (1957/58).

Prof. Dr. Helmut Bode, Hannover, Körnerstraße 6

Aus dem analytischen Laboratorium der Chemischen Fabrik Uetikon, Uetikon (Zürich)

Bestimmung von ÄDTA neben kondensierten Phosphaten

Von

S. Schinzel

(Eingegangen am 18. Juni 1959)

Seit einiger Zeit werden perborathaltigen Waschmitteln geringe Mengen ÄDTA-Substanzen (Natriumsalze der Äthylendiamintetraessigsäure) zugesetzt. Dadurch werden die Schwermetallionen (vor allem Cu^{2+}), die die Zersetzung des Perborates beschleunigen, komplex gebunden.

In der Literatur sind verschiedene Methoden für die Bestimmung von ÄDTA-Substanzen beschrieben; eine dieser Methoden betrifft die Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln[3]. Die Bestimmung von ÄDTA neben kondensierten Phosphaten[6] ist jedoch eine bis heute nicht gelöste Aufgabe.

Im folgenden wird ein Verfahren beschrieben, das den Nachweis und die Bestimmung von ÄDTA neben Alkaliphosphaten verschiedener Kondensationsgrade erlaubt. Ein zweiter Teil dieser Arbeit behandelt die ÄDTA-Bestimmung in Waschmitteln.

Prinzip der Methode. Die Äthylendiamintetraessigsäure oder ihre Natriumsalze werden mit einer eingestellten Kupferlösung und PAN (1-[2-Pyridylazo]-2-naphthol) als Indicator titriert. Alkaliphosphate verschiedener Kondensationsgrade stören auch bei großem Überschuß nicht oder nur in geringem Maße.

Frühere Arbeiten auf diesem Gebiet. Die direkte oder indirekte Titration von Kupfer mit ÄDTA (Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure) wird von verschiedenen Autoren beschrieben[2,4b]. Dabei zeigt sich:

Die Titration kann in schwach saurer oder alkalischer Lösung erfolgen, wobei unter $p_H \sim 6$ die Erdalkalien nicht mehr stören.

Die Reaktion verläuft in kalter Lösung nur langsam, schneller dagegen in heißer Lösung, da die Stabilitätskonstanten des Cu-PAN-Komplexes und des Cu-ÄDTA-Komplexes ähnlich sind, und PAN oder sein Cu-Komplex in wäßriger Lösung wahrscheinlich in kolloidaler Form vorliegen. Die Rücktitration von ÄDTA mit Kupferlösung ist daher besser geeignet als die direkte Titration der Kupferlösung mit ÄDTA.

Bei der Titration von ÄDTA mit Kupferlösung und PAN als Indicator in Gegenwart kondensierter Phosphate können drei Komplexbildungsreaktionen stattfinden:

1. Das Kupfer wird von ÄDTA komplex gebunden[4a].
2. Das Kupfer wird vom kondensierten Phosphat komplex gebunden[5a].
3. Das Kupfer wird vom PAN-Indicator komplex gebunden.

Schwarzenbach[4a] gibt die Komplexbildungskonstante von Kupfer mit ÄDTA für verschiedene p_H-Werte an. Über die Komplexbildung zwischen Kupfer und kondensierten Phosphaten liegen bisher nur qualitative Angaben vor[5a].

Versuche zur Festlegung der Titrationsbedingungen

Lösungen und Reagentien

0,1 m ÄDTA-Lösung, eingestellt auf reines Zink, Eriochromschwarz T als Indicator; 0,1 m $CuSO_4$-Lösung, eingestellt mit 0,1 m ÄDTA-Lösung, Murexid als Indicator; PAN-Indicator, 0,1%ige alkoholische Lösung; $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$, Qualität Ph. H. V (Siegfried, Zofingen); $Na_4P_2O_7$, Tetranatriumpyrophosphat calc. (Produktion Uetikon); $Na_5P_3O_{10}$, Natriumtripolyphosphat „Polyfos" (Produktion Uetikon); $Na_{x+2}P_xO_{3x+1}$, Natriummetaphosphat „Alcopon" (Produktion Uetikon).

Titration reiner ÄDTA-Lösungen mit Kupfersulfat

Die ÄDTA-Lösung wird auf etwa 100 ml verdünnt, mit Ammoniak und Essigsäure auf den gewünschten p_H-Wert eingestellt, mit 0,4 ml PAN-Lösung versetzt und mit der Kupfersulfatlösung bis zum Farbumschlag von Gelb oder Grün nach Weinrot oder Violett titriert.

Bei den Versuchen wurde beobachtet, daß der Farbumschlag im Äquivalenzpunkt scharf ist, wenn maximal 5 ml 0,1 n ÄDTA-Lösung im p_H-Bereich von etwa 3,5—10 mit 0,1 m $CuSO_4$-Lösung (nicht mit 0,01 m $CuSO_4$-Lösung) titriert werden. Titration in heißer Lösung gibt besseren Farbumschlag im Äquivalenzpunkt als Titration in kalter Lösung. Unter p_H 3,5 und bei einem Verbrauch von mehr als 5 ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung werden die Farbumschläge im Äquivalenzpunkt undeutlich. Die Titration der ÄDTA-Lösung mit Kupfersulfatlösung wird also am besten in heißer Lösung zwischen p_H 3.5 und p_H 10 mit maximal 5 ml 0,1 m Kupfersulfatlösung ausgeführt.

Titration von ÄDTA in Anwesenheit von Phosphaten

Maximal 5 ml ÄDTA-Lösung werden zur Phosphatlösung pipettiert. Man verdünnt dann auf etwa 100 ml, bringt mit Ammoniak und Essigsäure auf den gewünschten p_H-Wert und erhitzt fast zum Kochen. Nach Zusatz von 0,4 ml PAN-Lösung titriert man mit 0,1 m Kupfersulfatlösung bis zum Farbumschlag von Gelb oder Grün nach Weinrot oder Violett. Der p_H-Wert wird in der kalten, fertig titrierten Lösung bestimmt.

Tabelle 1

ml 0,1 m ÄDTA-Lösung	Zugabe an Phosphat	Farbumschlag	ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung	p_H
5	—	sehr scharf	4,98	4,5
5	8,4 g NaH_2PO_4	scharf	4,92	4,5
5	8,4 g Pyro calc.	schleppend	4,9	4,1
5	8,4 g Polyfos	sehr schleppend	4,6	4,2
5	8,4 g Alcopon	sehr schleppend	4,9	4,0
—	—	sehr scharf	1 Tr.	4,2
—	1,7 g NaH_2PO_4	sehr scharf	1 Tr.	4,5
—	1,7 g Pyro calc.	sehr scharf	1 Tr.	4,2
—	1,7 g Polyfos	sehr scharf	1 Tr.	4,2
—	1,7 g Alcopon	scharf	1 Tr.	4,2
5	—	sehr scharf	4,95	4,6
5	1,7 g NaH_2PO_4	scharf	4,97	4,6
5	1,7 g Pyro calc.	scharf	4,97	5,1
5	1,7 g Polyfos	scharf	4,86	5,1
5	1,7 g Alcopon	ziemlich scharf	4,92	4,9
1	—	sehr scharf	1,01	4,5
1	1,7 g NaH_2PO_4	scharf	1,00	5,1
1	1,7 g Pyro calc.	scharf	1,02	4,2
1	1,7 g Polyfos	ziemlich scharf	0,94	4,3
1	1,7 g Alcopon	ziemlich scharf	1,03	4,2
1	—	sehr scharf	1,00	7,1
1	1,7 g NaH_2PO_4	scharf	1,00	7,3
1	1,7 g Pyro calc.	schleppend	1,2	7,6
1	1,7 g Polyfos	ziemlich scharf	0,96	7,7
1	1,7 g Alcopon	ziemlich scharf	0,98	7,3
1	—	sehr scharf	1,00	8,7
1	1,7 g NaH_2PO_4	scharf	0,99	8,9
1	1,7 g Pyro calc.	schleppend	0,9	9,5
1	1,7 g Polyfos	ziemlich scharf	0,95	9,0
1	1,7 g Alcopon	ziemlich scharf	1,00	8,7

Die in Tab. 1 zusammengestellten Resultate zeigen, daß am besten zwischen p_H 4 und 5 titriert wird. Bei tieferen p_H-Werten ist der Farbumschlag im Äquivalenzpunkt undeutlich. Bei höherem p_H wird die Störung durch Pyrophosphat verstärkt. Die Störung durch Polyfos und Alcopon ist nicht p_H-abhängig.

Bei einem Titrationsvolumen von etwa 100 ml wird die Titration nicht oder nicht erheblich gestört durch die Anwesenheit von:

ungefähr 10 g NaH_2PO_4, 2 g Pyro calc., 2 g Polyfos, 2 g Alcopon.

Werden etwa 5 ml 0,1 m Kupfersulfatlösung für die Titration verbraucht, so stört das 50fache Gewicht NaH_2PO_4 oder das 10fache Gewicht Pyro calc., Polyfos oder Alcopon kaum.

Wird ungefähr 1 ml 0,1 m Kupfersulfatlösung für die Titration verbraucht, so stört das 250fache Gewicht NaH_2PO_4 oder das 50fache Gewicht Pyro calc., Polyfos oder Alcopon kaum.

Bestimmung von ÄDTA neben Alkaliphosphaten verschiedener Kondensationsgrade

Maximal 2 g des kondensierten Phosphates werden in einem 300 ml-Erlenmeyer-Kolben in etwa 100 ml dest. Wasser gelöst. Mit Salzsäure (1:1) und Methylorange wird auf p_H 4 neutralisiert. Dann erhitzt man zum Kochen, versetzt mit 0,2 ml PAN-Indicator und titriert mit 0,1 m $CuSO_4$-Lösung bis zum Farbumschlag von Gelb nach Weinrot. Der Titrationsendpunkt ist erreicht, wenn der letzte Gelbton verschwunden ist und die Lösung einige Minuten rein weinrot bleibt.

Sollten mehr als 5 ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung verbraucht werden, so ist die Titration mit einer geringeren Einwaage zu wiederholen.

1 ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung entspricht 33,6 mg Na_2H_2Y (Dinatriumsalz der Äthylendiamintetraessigsäure).

Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln

Nach Stüpel[5] haben die gebräuchlichen Waschmittel generell folgende Zusammensetzung:

Synthetische waschaktive Substanz	8—35%
Fettsäure	0—10%
kondensierte Phosphate	5—50%
Silicate	0—15%
Carbonate	0—20%
Carboxymethylcellulose	0— 1,5%
Wasser	0—15%
optische Aufheller	0— 0,1%
Natriumsulfat	5—70%.

Dazu kommen geringe Gehalte von Perboraten und ÄDTA-Substanzen. Die letzten betragen nach uns zugänglichen Angaben und eigenen Bestimmungen wenige Zehntelprozente.

Im folgenden wurde untersucht, ob die oben beschriebene Methode für die ÄDTA-Bestimmung in Waschmitteln geeignet ist, oder ob sie durch die verschiedenen Waschmittelkomponenten gestört wird.

Arbeitsvorschrift

10 g Waschmittel werden in einen 300 ml-Erlenmeyer-Kolben eingewogen und in 100—150 ml heißem, dest. Wasser gelöst. Es ist darauf zu achten, daß möglichst wenig Schaum entsteht. Mit Salzsäure (1:1) und Methylorange wird auf p_H 4

neutralisiert, worauf sich Fettsäure abscheidet, falls das Waschmittel Seife enthält. In diesem Fall darf die Lösung nur so stark erwärmt werden, daß die Fettsäure nicht schmilzt. Geschmolzene Fettsäure führt zu einem unscharfen Titrationsendpunkt.

Dann setzt man 0,2—0,4 ml PAN-Indicator zu und titriert tropfenweise mit 0,1 m $CuSO_4$-Lösung bis zum Farbumschlag von Gelb nach Weinrot. Der Titrationsendpunkt ist erreicht, wenn der letzte Gelbton verschwunden ist und die Lösung einige Minuten rein weinrot bleibt.

Sollte mehr als 1 ml $CuSO_4$-Lösung verbraucht werden, so ist die Titration mit einer geringeren Einwaage zu wiederholen, da der Titrationsendpunkt dann bedeutend schärfer zu erkennen ist.

1 ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung entspricht 1,1 · 33,6 mg Na_2H_2Y.

Zusatzversuche

Wie weiter unten gezeigt wird, enthalten die beiden Waschmittel 9/1 und 8/2 kein ÄDTA. Das erste enthält synthetische waschaktive Substanz, das zweite Seife.

Zu je 10 g dieser Waschmittel wurden wechselnde Mengen 0,1 m ÄDTA-Lösung zugesetzt, die darauf nach obiger Vorschrift durch Titration mit 0,1 m $CuSO_4$-Lösung bestimmt wurden:

Tabelle 2

Waschmittel 9/1			Waschmittel 8/2		
zugesetzt ml 0,1 m ÄDTA-Lösung	titriert mit ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung	Faktor ml ÄDTA: ml $CuSO_4$	zugesetzt ml 0,1 m ÄDTA-Lösung	titriert mit ml 0,1 m $CuSO_4$-Lösung	Faktor ml ÄDTA: ml $CuSO_4$
0,10	0,10	1,00	0,10	0,10	0,91
	0,10			0,12	
0,20	0,19	1,11	0,30	0,27	1,11
	0,17			0,27	
0,30	0,25	1,20	0,50	0,45	1,15
	0,25			0,42	
0,50	0,46	1,11	1,00	0,89	1,15
	0,44			0,85	
1,00	0,93	1,10			
	0,88				
Durchschnitt		1,10	Durchschnitt		1,08

Die in Tab. 2 zusammengestellten Analysenergebnisse zeigen, daß die Titration nicht ganz stöchiometrisch zu verlaufen scheint. Der Verbrauch an 0,1 m $CuSO_4$-Lösung muß mit einem Korrekturfaktor von 1,10 multipliziert werden.

Einfluß von Erdalkali- und Schwermetallionen auf die Titration

In kondensierten Phosphaten und somit in den Waschmitteln sind je nach dem Herstellungsverfahren der Rohstoffe und der Härte des bei der Herstellung verwendeten Wassers wechselnde, jedoch geringe Mengen

von Calcium- und Mangnesiumsalzen vorhanden. Diese stören aber die Titration nicht, da der Calcium- und Magnesium-ÄDTA-Komplex unter $p_H \sim 6$ sehr unbeständig ist[4b].

Eisen ist in den Waschmitteln ebenfalls in geringen Mengen zu finden. In verschiedenen Waschmitteln bestimmte Werte schwanken zwischen 40 und 140 ppm.

In reinen Eisenlösungen wird das Eisen bei p_H 4 durch ÄDTA stärker komplex gebunden als das Kupfer[1,7]. Wie aber die eigenen Versuche zeigen, sind die Verhältnisse in einer konzentrierten Waschmittellösung umgekehrt. Das Eisen wird durch Kupfer, allerdings ziemlich langsam, aus dem ÄDTA-Komplex verdrängt. Das bedingt eine nur tropfenweise Titration der heißen Lösung in der Nähe des Endpunktes bis zur bleibenden Rotfärbung.

Untersuchung verschiedener Waschmittel schweizerischer Provenienz

Tabelle 3

Waschmittel	Waschaktive Substanzen	% Na_2H_2Y	Waschmittel	Waschaktive Substanz	% Na_2H_2Y
1/1	synthetisch	0,12	5/1	Seife	0
1/2	synthetisch	0,11	6/1	synthetisch	0
2/1	synthetisch	0	6/2	Seife	0
2/2	Seife	0	7/1	synthetisch	0,12
3/1	Seife	0,15	8/1	synthetisch	0
4/1	synthetisch	0,37	8/2	Seife	0
4/2	Seife	0	9/1	synthetisch	0

Tab. 3 enthält die Ergebnisse einiger Analysen. Bei den Waschmitteln, in denen kein ÄDTA vorhanden ist, schlägt die Farbe mit 1 Tropfen (0,025 ml) 0,1 m $CuSO_4$-Lösung scharf von Gelb nach Weinrot um.

Zusammenfassung

Es wird eine Methode beschrieben, die den Nachweis und die quantitative Bestimmung geringer Mengen von ÄDTA-Substanzen (Natriumsalze der Äthylendiamintetraessigsäure) erlaubt:

1. neben Alkaliphosphaten verschiedener Kondensationsgrade,
2. in Waschmitteln üblicher Zusammensetzung.

Die in Waschmitteln üblicher Zusammensetzung enthaltenen Komponenten und Verunreinigungen stören die Bestimmung nicht.

Die genauen Arbeitsvorschriften sind angegeben.

Literatur

[1] Flaschka, H., u. H. Abdine: diese Z. **152**, 77 (1956). — [2] Flaschka, H., u. H. Abdine: Chemist-Analyst **45**, 2 (1956); vgl. diese Z. **155**, 115 (1957). — [3] Kerckow, F. W.: diese Z. **133**, 281 (1951). — [4] Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration, F. Enke, Stuttgart, 2. Aufl. 1956; [a] S. 19; [b] S. 43. — [5] Stüpel, H.,

Synthetische Wasch- und Reinigungsmittel, Konradin-Verlag, Stuttgart, 1954; [a] S. 211, 213, 421; [b] S. 274. — [6] Weiss, H. U.: Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. (Bern) **49**, 452 (1958). — [7] Welcher, F. J.: The Analytical Uses of EDTA, D. van Nostrand Co. Inc., Princeton, N. J. 1957, S. 7.

S. Schinzel, Chemische Fabrik Uetikon, Uetikon/Zürich (Schweiz)

Department of Chemistry, Andhra University, Waltair

Use of Brucine as an Oxidation-Reduction Indicator in Cerimetry

By

T. P. Sastri and G. Gopala Rao

(Received April 20, 1959)

In a previous publication, Gopala Rao and Sastri[2] have reported that brucine serves as an excellent internal indicator in the titration of iron(II) and ferrocyanide with ceric sulphate. We have now undertaken a study of the use of this indicator in the titration of uranium(IV), arsenic(III), molybdenum(V) and hydroquinone. The brucine indicator has the advantage that it can be used in the titration of iron(II) even in the absence of phosphoric acid, unlike the diphenylamine class of indicators. Brucine has a further advantage that it can be used for the titration of iron(II), even in the presence of tungstic acid, which is known to interfere in titrations employing diphenylamine and diphenylbenzidine.

Experimental

Indicator Solution

In the experiments already reported a 0.1 per cent solution of brucine in 3.0 N sulphuric acid was used as a stock solution. Such a solution assumes an orange color in about two months, a red color after six months and a black color in about eight months. But we have now noticed that a 0.1 per cent solution of brucine in 2.0 to 3.0 N acetic acid does not show any color change in nine months and that the solution can still be used satisfactorily as an inside indicator. Hence, in the experiments described below, ten drops of the 0.1 per cent solution of brucine in 3 N acetic acid have been used as the indicator.

Determination of Molybdenum(V) with Ceric Sulphate

The authors have found that the titration of molybdenum(V) can be accurately carried out with ceric sulphate using brucine as indicator. The titration can be carried out rapidly, until about 90 per cent of the molybdenum(V) is oxidised by the ceric sulphate. At this stage, however, the speed of reduction of the pink oxidation product of brucine by molybdenum(V) decreases, so that it takes about five to ten seconds for the

pink form to be reduced back to the colorless form. For this reason, the titration should be carried out slowly towards the end. The end point is taken as the one, where the pink color due to the oxidised indicator is stable for at least 30 sec. We have made the important observation that the addition of phosphoric acid in adequate amounts (10 ml of syrupy phosphoric acid for 100 ml of the titration mixture) enables the titration to be carried out with the usual speed. For the above experiments the molybdenum(V) solution is prepared by reducing a solution of ammonium molybdate in 3 N hydrochloric acid with metallic mercury as per the directions of FURMAN and MURRAY[1]. Some select results on this titration are given in Table 1.

Table 1. *Volumetric Titration of Molybdenum(V) with Ceric Sulphate Using Brucine as Indicator*

Millimols of molybdenum(V) taken	Millimols of molybdenum(V) found
0.0683	0.0684
0.1025	0.1022
0.1367	0.1362
0.2050	0.2056
0.2562	0.2566

Estimation of Hydroquinone with Ceric Sulphate Using Brucine as Indicator

The authors have found that brucine works satisfactorily in the titration of hydroquinone with ceric sulphate. The following procedure is recommended for the titration.

An aliquot volume of the hydroquinone solution is taken in an Erlenmeyer flask, enough sulphuric acid is added to keep the overall acidity of the mixture at 1.0 N and the mixture made up to 200 ml. It is then titrated with the ceric sulphate solution adding 0.5 ml of 0.1% brucine solution to serve as the inside indicator. At this dilution, the color of quinone does not interfere with the detection of the pink color of the oxidised indicator. Some typical results are given in Table 2.

Table 2. *Volumetric Titration of Hydroquinone with Ceric Sulphate Using Brucine as Indicator*

Hydroquinone taken in milligram equivalents	Hydroquinone found in milligram equivalents
0.0394	0.0393
0.0788	0.0786
0.1182	0.1185
0.1476	0.1474
0.1871	0.1874

Cerimetric Determination of Uranium(IV)

An approximately 0.05 N solution of uranium(IV) was prepared by reducing a solution of uranium(VI) acetate in sulphuric acid in a Jones reductor, aerating the reduced solution for five minutes to oxidize any uranium(III) to uranium(IV) and then making up the solution to the desired volume. This solution was used for titrations with ceric sulphate. It has been noticed that during the titration, the indicator gets prematurely oxidised and the pink color of the oxidised brucine persists, even in the presence of excess of unreacted uranium(IV). We have ascertained that this is due to the fact that the oxidation product of brucine is only slowly reduced by uranium(IV). The difficulty becomes more pronounced as the concentration of the uranium(IV) decreases with the progress of the titration. Although the addition of phosphoric acid has been found to increase the speed of reaction between uranium(IV) and the oxidised indicator, the effect is not sufficient to make the indicator a success in this titration. The authors have also investigated the use of sodium fluoride, boric acid and oxalic acid individually and in admixture with phosphoric acid to catalyse the reaction but without any success.

Estimation of Arsenic(III)

The authors have investigated the feasibility of using brucine as an indicator in the titration of arsenic(III) with ceric sulphate, both in sulphuric and hydrochloric acid media. We have observed that it is not useful as the pink oxidation product of brucine is not easily reduced back to the colorless form by arsenic(III). Although the addition of osmic acid somewhat catalyses this reaction in sulphuric acid medium, the speed is not sufficient enough towards the close of the titration, so that it becomes difficult to judge whether the discharge of the red color is due to reduction of the oxidised indicator by As^{III} still present in the solution or due to its own instability. Addition of larger quantities of osmic acid (up to 1 ml of 0.01 Molar solution) does not improve matters. We have also investigated the catalytic use of iodine monochloride both in sulphuric and hydrochloric acid media. Although iodine monochloride produces a significant improvement in hydrochloric acid medium, the end point is still hazy and cannot be easily detected.

Summary

Brucine has been found to work satisfactorily as an inside indicator in the titration of molybdenum(V) and hydroquinone with ceric sulphate. It does not give a good indication of the end point in the titration of arsenic(III) in sulphuric acid medium, using osmium tetroxide as a catalyst or in hydrochloric acid medium using iodine monochloride as a catalyst. Brucine cannot also be used in the titration or uranium(IV) with ceric sulphate. A 0.1 per cent solution of brucine in 2 N—3 N acetic acid has been found to be stable for nine months without showing any discoloration.

References

[1] Furman, N. H., and W. M. Murray: J. Amer. chem. Soc. **58**, 1689 (1936); cf. Z. analyt. Chem. **111**, 419 (1937/38). — [2] Rao, G. Gopala, and T. P. Sastri: Talanta **1**, 213 (1959); cf. Z. analyt. Chem. **169**, 44 (1959).

Prof. Dr. G. Gopala Rao,
Department of Chemistry, Andhra University, Waltair (India)

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

I. Allgemeine analytische Methoden, Apparate und Reagentien

Flammenphotometrie. *Der wechselseitige Einfluß von Elementen auf die Strahlungsintensität in Flammen.* Mit Hilfe einer aus zwei Sprühdüsen bestehenden Einrichtung untersuchten N. S. Poluektov und M. P. Nikonova[1] den Mechanismus des Einflusses von K, Cs, HCl, NH_4Cl, H_2SO_4, H_3PO_4 und $Al(NO_3)_3$ auf die Strahlungsintensität von Cs-, K-, Na-, Ca- und Sr-Linien. Die zweite (Fremdsubstanz-)Düse war parallel zur Probendüse im Sprühsystem eingebaut. Im Falle von Cs und K (Acetylenflamme) wurde eine Intensitätsvergrößerung des Einen infolge einer Konzentrationsverringerung des Anderen festgestellt. Der Einfluß von HCl und

NH_4Cl in der Acetylen- und Gasflamme (Anioneffekt) war schwach, der von H_2SO_4 und H_3PO_4 nur etwas ausgeprägter. Die Untersuchungen ergaben, daß der Mechanismus der Vorgänge in der Flamme von Fall zu Fall verschieden ist.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 635—642 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Inst. allgem. anorg. Chem. Akad. Wiss. Ukrain. SSR. O. Gautsch

Das Anwendungsgebiet der Elektronenmikroskopie und der Elektronenbeugung kann nach E. Fuchs[1] durch Feinbereichsbeugungsaufnahmen wesentlich erweitert werden. Für die Aufnahmetechnik wird der gewünschte Objektbereich aus dem vom Objektiv erzeugten ersten Zwischenbild durch eine Sektorblende ausgewählt. Mit der Zwischenlinse, die im Strahlengang hinter der Objektivlinse liegt, kann entweder das Objekt oder das Beugungsbild abgebildet werden. Wird z. B. das Beugungsbild eines 1 μ großen Magnesiumsilicatteilchens mit dem gesamten Objektbereich von 70 μ Durchmesser abgebildet, so sind im Beugungsbild lediglich die diffusen Ringe der amorphen Trägerfolie zu erkennen. Nach Einengen des Objektbereiches durch die Sektorblende auf 0,8 μ, verschwindet der diffuse Untergrund und auch die innersten Interferenzen des Teilchens sind sehr deutlich zu erkennen. Durch diese Ausblendungstechnik können noch Teilchen von etwa 10^{-14} g mittlerer Dichte nachgewiesen werden. Die Feinbereichsbeugung ist damit ein analytisches Hilfsmittel hoher Empfindlichkeit zum Nachweis kleinster Teilchen. Staubteilchen aus der Luft und aus der Präparationstechnik, die leicht fälschlich als Objekteinzelheiten angesprochen werden, können mit dieser Methode unterschieden und identifiziert werden. Die Untersuchungen sind mit dem Siemens-Elektronenmikroskop Elmiskop I ausgeführt worden.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 674—680. Siemens & Halske AG, Karlsruhe. H. Specker

Über allgemeine Anwendungsmöglichkeiten der Atom-Absorptionsspektrometrie mit einer speziellen Bestimmungsmethode für *Magnesium in biologischem Material* berichtet J. E. Allan[1]. Grundlage der Methode ist bekanntlich die Messung des absorbierten Lichtes durch die nicht angeregten Atome des Elementes bei der Wellenlänge der Resonanzlinie. Für die Magnesiumbestimmung verwendet der Verf. zur Emission der Mg-Linie bei 2852 Å eine Magnesium-Aluminium-Hohlkathode nach Hilger und Watts. Für die Konstanz der Erregerlinie ist eine sehr genaue Stabilisierung der Stromstärke (60 mA $\pm$ 0,1 mA) erforderlich. Für die Zerstäubung der Probenlösung wird ein Standard-Brenner und -Zerstäuber nach Lundegårth für Acetylen-Luftgemisch verwendet. Das von der Hohlkathode emittierte Licht wird in etwa 1 cm Höhe über den Brennerrand durch die Flamme geschickt und geht von dort durch eine Blende in den Spektrographen. Die mitgeteilten Ergebnisse bei der Bestimmung von Mengen zwischen 0,3—10 ppm Magnesium sind sehr befriedigend. Natrium stört nur bei sehr großem Überschuß. 17000 ppm Natrium ergeben einen Leerwert von 2 ppm Magnesium. Aluminium soll nicht vorhanden sein. Die Arbeit enthält ausführliche Angaben für die Stabilisierung der äußeren Bedingungen (Anregung der Hohlkathode, Brenner und Zerstäuber) und allgemeine Betrachtungen über Anwendbarkeit und die hohe Genauigkeit der Atom-Absorptionsspektrometrie.

[1] Analyst **83**, 466—471 (1958) Dep. Agric. Hamilton (Neu-Seeland). H. Specker

Photometrische Titrationen. J. B. Headridge[1] gibt eine *Zusammenstellung der in den Jahren 1954—1957 erschienenen Arbeiten über photometrische Titrationen.* Bei diesen Titrationen wird der Äquivalenzpunkt durch Messung der optischen Dichte, entweder mit dem Spektrophotometer oder auch mit einem Filterphotometer

bestimmt. — Die Arbeitsverfahren werden in 3 Gruppen geteilt: 1. Titrationen ohne Indicator; hierher gehören auch Trübungsmessungen (Heterometrie). 2. Titrationen mit überschüssigem Indicator, der z. B. mit der Analysensubstanz Komplexe bildet oder nach Erreichen des Endpunktes mit der Maßlösung reagiert. 3. Titrationen mit nur so viel Indicator, daß lediglich ein Teil der Analysensubstanz oder der nach dem Endpunkt zugesetzten Maßlösung komplex gebunden wird (p_H- und p_M-Indicatoren). — Es werden die Fehlerquellen bei photometrischen Titrationen erörtert und an Hand von 119 Zitaten die einzelnen Bestimmungsmöglichkeiten besprochen.

[1] Talanta (London) **1**, 293—304 (1958) Univ. Sheffield (England). G. Denk

Infrarotspektrometrie in der Gasphase. D. M. W. Anderson u. J. L. Duncan[1] weisen in einer vorläufigen Mitteilung darauf hin, daß die Entwicklung *moderner Infrarot-Spektralphotometer* (z. B. Hilger Modell H 800) es nun erlaubt, mit geeigneten Glasküvetten noch 10^{-9} Mol einer Substanz (z. B. in *gaschromatographischen Fraktionen*) quantitativ zu bestimmen. Als Glasküvetten werden verwendet: Küvette A: Durchmesser 2,3 cm; Länge 12,5 cm. Konzentrationsbereich $5 \cdot 10^{-5}$ bis $4 \cdot 10^{-8}$ Mol; Küvette B (bzw. C): Durchmesser 1,5 cm; Länge 31,5 (bzw. 56,0 cm), Konzentrationsbereich $4 \cdot 10^{-6}$ bis 10^{-7} Mol (bzw. 10^{-7} bis 10^{-9} Mol). Genauere Daten über die Arbeitstechnik sollen in einer im Druck befindlichen Arbeit[2] enthalten sein. Über die Art der Überführung der vom Gaschromatographen kommenden getrennten Gase wird wohl in einer angekündigten Veröffentlichung berichtet werden. Während Küvette A aufgeheizt werden muß, können in Küvetten B und C Substanzen mit Siedepunkten bis zu 125° C ohne Beheizung der Zellen vermessen werden.

[1] Chem. and Ind. **1958**, 1662. Univ. Edinburgh (Schottland). — [2] Anderson, D. M. W.: Analyst im Druck. E. Bayer

Thermochromatographie über Einschlußverfahren. Das bekannte Vermögen des Harnstoffs, n-Alkane und ähnlich dimensionierte Moleküle einzuschließen, wird von R. Kaiser[1] zu *säulenchromatographischen quantitativen Trennungen* verwendet. Die auf einer geeigneten Säule fixierten Harnstoffaddukte werden bei stufenweise erhöhten Temperaturen mit geeigneten (Harnstoff nicht lösenden) Lösungsmitteln fraktioniert eluiert. Mechanismus der Bildung und Zersetzung der Harnstoff-Einschlußverbindungen sowie eine innere Deutung des Additionsmechanismus werden als Voraussetzung für die richtige Anwendung des Verfahrens diskutiert. — *Arbeitsweise.* Die in Abb. 1 gezeigte Trennsäule einschließlich Aufsatz, die absolut dicht sein muß, wird auf 60° C thermostatisiert und mit einem Gemisch aus 10 ml Benzol und 1 ml Aceton beschickt. 0,5—5 g (maximal 20 g) zu analysierende Substanz werden in 40 ml Benzol und 10 ml Aceton als Aktivator (je nach Stoffart auch andere Lösungsmittel und Aktivatoren) gelöst und nach Erwärmen auf 60° C ebenfalls eingefüllt (Säulenkopf vorher entfernen). Säulenkopf und Mittelrohr werden mit warmem, 20 Vol-% Aktivator enthaltendem Lösungsmittel nachgespült, bis sich die Substanz im aktiven Bereich der Trennsäule befindet, jedoch sollen nicht mehr als 40 ml verwendet werden. Die Apparatur wird verschlossen, 15 min bei 60° C temperiert und nun im Verlauf von 30—60 min langsam abgekühlt, notfalls auf 0° C. Die Endtemperatur der Abkühlung richtet sich nach der zu trennenden Substanz. (Für tiefe Temperaturen eignen sich nur mit Doppelwand versehene Chromatographiersäulen und Aufsätze). Der nicht von Harnstoff addierte Probenanteil wird anschließend in geeigneter Weise eluiert, wobei möglichst nicht mehr als 200—250 ml (10 ml/min) Lösungsmittel verwendet werden sollen. Nun wird die Temperatur in Intervallen von 5° C oder 10° C gesteigert und dabei immer erst solange mit reinem Lösungsmittel eluiert, bis kein Produkt mehr extrahiert werden kann. Bei den angegebenen Lösemitteln ist das normalerweise nach jeweils 25—50 min erreicht. Der

Temperaturgradient und die Eluiermenge müssen übereinstimmen. Es sollten 250 ml je 5° C verwendet werden. Dabei darf die Eluiergeschwindigkeit 10 ml/min nicht übersteigen. Die Endtemperatur liegt bei etwa 95° C. Dabei ist auch noch ein Alkan mit 30 Kohlenstoffatomen eluierbar, jedoch sind auch 110° C ohne Schaden für die Säulenfüllung als Endtemperatur anwendbar. Die Eluate werden wie üblich weiter untersucht und gekennzeichnet (Bestimmung des Brechungsindexes, Abdestillieren und Auswaage o. ä.). Nach Beendigung der Extraktion wird das Lösemittel aus der Trennsäule vollständig abgesaugt. Sie kann sofort wieder für eine neue Bestimmung eingesetzt werden, sofern alle Addukte zersetzt und das Paraffin völlig extrahiert worden ist. Die Harnstoff-Sandfüllung ist nach ungefähr 20 Bestimmungen meist stark verbacken und muß mechanisch aufgelockert werden. Ist dies ohne Schaden für die Säule nicht möglich, so muß mit heißem Wasser eluiert werden.

[1] Fette u. Seifen **60**, 915—919 (1958). Inst. organ. Grundstoffchemie, Leipzig.

H. Garschagen

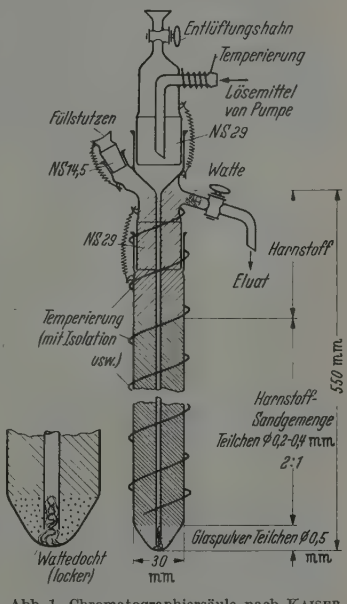


Abb. 1. Chromatographiersäule nach Kaiser

Gaschromatographie. P. Chovin[1] gibt einen *Literaturüberblick* über die grundlegenden Begriffe der Gaschromatographie, den apparativen Aufbau und verschiedene Anwendungsgebiete (28 Literaturzitate).

[1] Ann. Falsificat. Fraudes **51**, 253—268 (1958). Lab. Municipal Paris (Frankreich).

E. Bayer

J. H. Jones und C. D. Ritchie[1] beschreiben ein neues Verfahren zum *Sammeln von gaschromatographischen Fraktionen*. Dabei wird das aus der Säule austretende Gasgemisch mit einem Lösungsmitteldampf vermengt und anschließend mit diesem gemeinsam kondensiert. Die so gewonnenen Fraktionen können z. B. UV-spektroskopisch oder nach anderen Methoden untersucht werden. Diese Arbeitsweise eignet sich sowohl für analytisches als auch für präparatives Arbeiten. Für die gute Anwendbarkeit des Verfahrens werden Extinktionsmessungen zahlreicher Fraktionen verschiedener Mischungen *(aromatische Amine* und *1-Nitro-2-methyl-4-äthylbenzol + 1-Nitro-2-äthyl-4-methylbenzol)* mitgeteilt. — *Aufbau.* Direkt an die Trennsäule — es wird ohne den sonst üblichen Empfänger gearbeitet — wird ein T-Stück angeschlossen. In dessen einen Schenkel strömt der Dampf eines geeigneten Lösungsmittels (Wasser, Äthanol), der mit einer gesonderten Heizvorrichtung auf eine Temperatur gebracht wird, die 50° C über der Säulentemperatur liegt. Die Dampfgeschwindigkeit wird so geregelt, daß in $^1/_2$ min eine Fraktion von 5 ml entsteht. Am anderen Schenkel des T-Stückes befindet sich die Kondensationseinrichtung und der Probensammler. Die Maße der einzelnen Teile sind angegeben.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 753—756 (1958). Food and Drug Admin. Washington, D. C. (USA).

D. Jentzsch

J. J. MADISON[1] beschreibt die gaschromatographische *Analyse einiger permanenter und kondensierbarer Gase (Wasserstoff, Sauerstoff und Argon, Stickstoff, Kohlenmonoxyd, Methan, Äthan, Propan, Propylen, Isobutan, n-Butan)* in zwei Stufen durch Verwendung zweier Säulen. Für eine serienmäßige Routinearbeit kann zu jeder Säule ein eigenes Anzeigesystem (Wärmeleitfähigkeitszelle, registrierendes Anzeigeinstrument) nützlich sein. Im allgemeinen genügt jedoch eine Einheit, die zur Registrierung der voneinander getrennten Komponenten und zur Anzeige für das Einschalten einer Adsorptionsfalle benutzt wird. Es wird auf die Abhängigkeit der Wärmeleitfähigkeit einer Wasserstoff-Heliummischung von der Zusammensetzung eingegangen. Die möglichen Schwierigkeiten werden durch Aufgabe von Proben mit maximal 1 ml Wasserstoff umgangen. Zur Trennung der C_2-C_5-Verbindungen dient eine Dimethylsulfolansäule (Länge 15 m; 40 g Substanz auf 100 g Firebrick, 30—60 mesh). Die Strömungsgeschwindigkeit des Heliums beträgt bei einer Temperatur von 20° C 56 ml/min. Die übrigen Komponenten werden mit einer Aktivkohlesäule (Länge 7,5 m; Columbia Grade L, 20—48 mesh) bei einer Strömung von 100 ml/min getrennt. Zur Messung der Wärmeleitfähigkeit dienen 4 Gow-Mac MT/T Zellen (Gow-Mac Instrument Co., 100 Kings Road, Madison, N. J.). Der Meßzellenblock wird auf 60° C geheizt. Die Ergebnisse aus 5 verschiedenen Gasmischungen sind mit massenspektroskopischen Resultaten verglichen. Die Übereinstimmung ist gut. — Wie aus dem Schema (Abb. 1) hervorgeht, wird folgendermaßen verfahren: Die aus der Dimethylsulfolansäule (*2*) austretenden Substanzen gelangen über einen Hahn zur Wärmeleitfähigkeitszelle (*3*). Sobald dort die in dieser Säule nicht zu trennenden Gase (Luft, Kohlenmonoxyd, Methan, Wasserstoff) erscheinen, wird die Richtung so geändert, daß diese in der mit flüssigem Stickstoff gekühlten Falle gesammelt werden können. Danach verlassen die folgenden Verbindungen wieder den Apparat. Nach Beendigung der Trennung in der ersten Säule werden die noch nicht getrennten Gase unter gleichzeitigem Aufwärmen mit Helium auf die 2. Säule (*9*) gespült und gelangen auch zur Meßzelle.

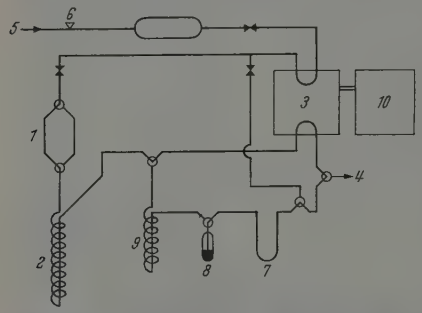


Abb. 1. Anordnung zur Zwei-Stufen-Gaschromatographie nach MADISON. *1* Probenbehälter; *2* Dimethylsulfolansäule; *3* Wärmeleitfähigkeitszelle; *4* Austritt; *5* Heliumzufuhr; *6* Druckregulator; *7* Aktivkohle; *8* Blasenzähler; *9* 2. Säule; *10* Schreiber

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1859—1862 (1958). Shell Development Co., Emeryville, Calif. (USA). D. JENTZSCH

Ionenaustausch. J. S. FRITZ und G. R. UMBREIT[1] beschreiben ein *schnelles Ionenaustauschverfahren zur Trennung von Metallionen*. Das Verfahren beruht auf der selektiven Komplexbildung mit ÄDTA bei verschiedenem p_H. Hierbei bildet das eine Metall einen beständigen Komplex, während der Komplex eines anderen weitgehend dissoziiert ist. Das nicht komplex gebundene Kation wird dann von einem Kationenaustauscher quantitativ festgehalten, während der anionische Komplex des anderen Metalls vollständig durchläuft. — Dowex 50-X4 (50—100 mesh) wird in kleinen Säulen üblicher Art in einer Schicht von 4×2 cm angewendet. Der Austauscher wird solange mit der passenden Pufferlösung behandelt, bis die ausfließende

Lösung den gleichen p_H-Wert wie die einfließende hat. — *Vorschrift.* Zu 10 ml einer 0,05 m Metallionenlösung werden 30 ml Pufferlösung und 15 ml 0,05 m ÄDTA-Lösung zugesetzt. Der gewünschte p_H-Wert wird durch Zusatz von Säure oder Ammoniak eingestellt. Man bringt die Lösung auf die Säule und läßt sie mit einer Geschwindigkeit von 8—11 ml/min durchlaufen. Die Säule wird dreimal mit je 30—40ml Pufferlösung gewaschen. Das gebundene Ion wird durch 90 ml 4 n Salzsäure eluiert. Zur Bestimmung des Metallions im Durchlauf muß das ÄDTA durch Salpetersäure-Perchlorsäure zerstört werden. Folgende Beispiele sind angegeben: *Lanthan/Thorium*, p_H 2,2; *Samarium/Eisen* p_H 1,8; *Yttrium/Scandium* p_H 1,35; *Magnesium/Aluminium*, p_H 4,0. Als Pufferlösung ist meist Glykokoll-Salzsäure verwendet worden. Andere Trennungsmöglichkeiten ergeben sich aus im Original befindlichen Kurven, z. B. für *Seltene Erdmetalle, Scandium, Fe^{III} von Wismut oder Kupfer*, für *Thorium von Eisen oder Wismut.* Calcium, Strontium, Barium und Magnesium werden bei p_H 4,4 vollständig vom Austauscher gebunden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 509—516 (1958). State Coll., Ames, Iowa (USA). R. Klement

R. N. Golovaty[1] gibt eine Ionenaustauschmethode an zur *Trennung der drei- und vierwertigen Metalle Fe, Al, Ti, Sn und Sb von den zweiwertigen Metallen Ca, Mg, Mn, Zn und Cu in Form ihrer Tironkomplexe.* Die Komplexe des Tirons (Natriumsalz der Brenzcatechin-3,5-disulfosäure) mit den zweiwertigen Metallen sind unbeständiger als die mit den drei- und vierwertigen Kationen, so daß die ersten bei $p_H \geqslant 8$ am Kationit absorbiert werden, die letzten als Komplexverbindungen durchlaufen. Die Bildung der Sn^{4+}- und Sb^{3+}-Tironkomplexe geht bei Zimmertemperatur nur langsam vor sich, schneller in der Hitze. Eisen gibt mit Tiron einen blauen Komplex, dessen Farbe bei $p_H > 8$ nach Rot umschlägt. — *Arbeitsweise.* Die zu untersuchende Lösung versetzt man mit soviel 0,05 m Tironlösung, wie zur Bildung der Komplexe von Fe^{3+}, Al^{3+}, Sb^{3+} und Ti^{4+} nötig ist. Enthält die Lösung Sn^{4+} und Sb^{3+}, kocht man nach Zugabe der Tironlösung kurz auf. Dann gibt man Ammoniak bis zum Farbumschlag von Blau nach Rot dazu. Wenn die Probelösung eisenfrei ist, gibt man eine kleine Menge Fe-Salz hinzu. Die Lösung wird dann auf 120—150 ml verdünnt und durch den Kationiten SBS oder Wofatit R in der NH_4-Form mit einer Geschwindigkeit von 3—4 ml/min laufen gelassen. Ca, Mg, Cu, Zn und große Mengen Mn eluiert man mit heißer 3 n Salzsäure, kleinere Mengen Mn mit kalter 1,5 n Salpetersäure. Die Bestimmung der einzelnen Komponenten erfolgt in üblicher Weise. Folgende Gemische sind untersucht worden: Fe-Al-Mg, Fe-Al-Mn, Fe-Ti-Mn, Fe-Cu, Fe-Ti-Cu, Fe-Al-Zn, Sn-Sb-Cu, Sn-Sb-Zn, Sn-Sb-Mn, Fe-Al-Ti-Mg-Ca. Die Ergebnisse sind gut und reproduzierbar. Die Methode eignet sich zur Trennung größerer und kleinerer Mengen der genannten Metalle.

[1] Ukrain. chim. Ž. **24**, 653—655 (1958) [Russisch]. H. Nieswand

F. W. Cornish[1] beschreibt die *praktische Anwendung der chromatographischen Theorie auf analytische und präparative Trennungen* und gibt Formeln und Diagramme an, mit deren Hilfe optimale Bedingungen zur *Trennung von Ionen durch Ionenaustauschelution* abgeschätzt werden können. Als Beispiel wird die Trennung von etwa 9 mg *Kalium* von ungefähr 3 mg *Natrium* beschrieben, wobei das Kalium in einer Reinheit von 99.9999% anfallen soll. — Der Versuch wurde mit dem Austauscher Dowex 50 (200—400 mesh) und 0,6 m Salzsäure ausgeführt. Die Säule hatte eine Länge von 20 cm und einen Durchmesser von 9 mm. Die Elutionsprofile wurden durch Konzentrationsmessungen in 0,5 ml-Proben mit radiochemischen Methoden ermittelt. Für Natrium ergab sich eine Bodenzahl von 580, für Kalium eine solche von 710. — Zahlreiche Versuchsergebnisse anderer Autoren

sind tabellarisch zusammengestellt und die aus den angegebenen Versuchsbedingungen errechnete theoretische Bodenhöhe der praktisch beobachteten gegenübergestellt.

[1] Analyst **83**, 634—642 (1958). Analyt. Chemistry Group, A. E. R. E., Harwell, nr. Didcot, Berks. (England). D. Jentzsch

Papierchromatographie. G. G. Blake[1] berichtet über weitere Entwicklungen seiner *elektrostatischen Entladungsmethoden zur Zonenlokalisation in der Papierchromatographie*[2]. Schaltbilder der beiden Möglichkeiten werden angegeben. In einem Fall wird das Gitter über die Chromatogrammabfühler geerdet; im anderen wird die Gitterspannung durch eine positive Spannung aus dem Anodenkreis erniedrigt.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 477 -479 (1958). Univ. Sydney (Australien). — [2] Blake, G. G.: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 489 (1957); vgl. diese Z. **163**, 123 (1958) D. Jentzsch

D. F. Mowery jr.[1] beschreibt eine schnelle *densimetrische Methode zur Analyse wiedergewonnener ternärer Lösungsmittelgemische*, die in der Chromatographie Verwendung finden — wie z. B. l-Butanol/Pyridin/Wasser (10:3:3) und Äthylacetat/1-Propanol/Wasser (5:3:2). Es wird dabei zunächst die Menge Wasser ermittelt, die zur Sättigung des entsprechenden Gemisches notwendig ist. Dann wird die Dichte der entstandenen wassergesättigten Lösung gemessen. Es werden Einzelheiten zur Herstellung der zur Auswertung notwendigen Nomogramme mitgeteilt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1856 -1859 (1958). Inst. Technology, New Bedford, Mass. (USA). D. Jentzsch

Über das *Verhalten von Metallnitraten in der Papierchromatographie* teilen A. S. Kertes und A. H. I. Ben-Bassat[1] in Fortsetzung ihrer Arbeiten[2] Messungen am *System Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser* mit. Die Verteilungskoeffizienten für Salpetersäure und Lithiumnitrat (jede Verbindung in Gegenwart verschiedener Konzentrationen der anderen) zwischen Wasser und Methylisobutylketon werden bestimmt. Außerdem wird das papierchromatographische Verhalten zahlreicher anorganischer Ionen in diesen Mischungen studiert und in R_f-Werten festgehalten. Die R_f-Werte der *Uranyl-*, *Thorium-* und *Goldionen* sind eine Funktion der Nitrationenkonzentration in der organischen Phase.

A. S. Kertes und A. Beck[3] berichten in einer weiteren Mitteilung über Messungen am *System Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser*. Die Verteilung von Salpetersäure zwischen Wasser und Diisopropyläther wird für verschiedene Säurekonzentrationen gemessen. Die R_f-Werte von 58 Ionen sind für verschiedene Systeme angegeben.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 489—495 (1958). Hebrew Univ. Jerusalem (Israel). - [2] Kertes, A. S.: J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 62 (1958); Kertes A. S. und M. Lederer: Anal. Chim. Acta (Amsterdam) **15**, 543 (1956); vgl. diese Z. **157**, 210 (1957); **165**, 66 (1958). — [3] J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 496—500 (1958). D. Jentzsch

Die quantitative elektrophoretische und chromatographische Trennung äußerst geringer Substanzmengen bis hinunter zu etwa 10^{-15} g (10^{-3} pg), entsprechend etwa 10^7 bis 10^8 Atomen bzw. Molekeln, gelingt mit Hilfe einer von B. M. Turner[1] beschriebenen mikroskopischen Arbeitstechnik. Als Träger für die Trennungen dient ein dünner (0,01—10 μ) Flüssigkeitsfilm, der auf der Unterseite eines sorgfältig gereinigten Objektträgers oder einer frisch geblasenen Glasfläche niedergeschlagen wird. Dieser Film enthält zugleich den Elektrolyten,

Komplexbildner usw. Seine Dicke wird interferometrisch gemessen, ebenso die Größe der Lösungstropfen, die mit einer Capillare aufgebracht werden. Die ganze Anordnung ist zusammen mit einem leicht zu improvisierenden, aber gut brauchbaren Mikromanipulator auf dem Objekttisch eines geeigneten Mikroskops untergebracht. Bei elektrophoretischen Trennungen wird das Potential (27 V/cm) über dünne Pt-Drähte angelegt. Die bei solchen Trennungen resultierenden Zonen werden mit Hilfe des sogenannten „Hauchbild-Tests" sichtbar gemacht und interferometrisch vermessen. Einzelheiten der Anordnung und der Arbeitstechnik möge man dem Original entnehmen.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 305—318 (1958). Turner's Lighter Spares & Components Ltd., Borroughs House, London (England). H. Hartkamp

Differentielle elektrolytische Potentiometrie. E. Bishop[1] hat in Ergänzung zu früheren Messungen[2] die bei der *Polarisationsspannungstitration* („differential electrolytic potentiometry") erzielbaren Genauigkeiten bei Redoxsystemen auch die Schärfe der Äquivalenzpunktsbestimmung geprüft und hebt hervor, daß dank der großen Schärfe solcher Titrationen gegenüber der klassischen Potentiometrie die 2—10fache Genauigkeit erzielt werden kann. Titriert wird an zwei Platinelektroden, zwischen denen möglichst nur 1 μA Strom fließt, doch sind auch Stromstärken bis zu 6 μA noch zulässig. Die Potentialdifferenz zwischen beiden Elektroden wird während der Titration mit einem p_H-Meter gemessen. Unter Rühren wird stets bis 1 ml vor dem Äquivalenzpunkt rasch, dann nach Abwarten der Potentialeinstellung mit kleinen Zugaben bis 1 ml über den Äquivalenzpunkt hinaus titriert (Gesamtvolumen 200 ml). Titriert werden *Eisen(II)-ionen* (0,1 m) in 0,5 m Schwefelsäure mit 0,1 m Cer(IV)-lösung, mit 0,02 m Kaliumpermanganatlösung, ferner 0,1 m *Hexacyanoferrat(II)* in 0,625 m Schwefelsäure mit Cer(IV)-lösung und auch 0,05 m *Thallium(I)*-lösung in 1 m Salzsäure mit 0,01667 m Bromatlösung, sämtlich als Beispiele für reversible Reaktionen, ferner 0,1 m *Eisen(II)*-ionenlösung in 0,625 m Schwefelsäure mit 0,01667 m Dichromatlösung, auch bei Zusatz von Phosphorsäure (0,8 m), außerdem 0,1 m *Vanadat*lösung in 0,5 m Schwefelsäure mit *Eisen(II)*-ionenlösung sowie die umgekehrte Titration in Gegenwart von Phosphorsäure (0,8 m), 0,1 m *Jod*lösung in Hydrogencarbonatpufferlösung mit 0,05 m Arsen(III)-lösung und Antimon(III)-lösung, 0,1 m *Jod*lösung in 1 m Salzsäure mit 0,1 m Thiosulfatlösung und 0,1 m *Kupfer(II)*-lösung in 1 m Essigsäure mit Thiosulfatlösung nach Zugabe überschüssigen Jodids. Schließlich wird neben diesen Titrationen mit nur unvollständig reversibel elektrolysierbarem Oxydans auch der Titrationskurvenverlauf bei irreversiblem Reduktans an den Beispielen der Titration von 0,025 m *Hydrazin*lösung in 1 m Salzsäure und 0,1 m Kaliumbromid mit 0,01667 m Bromatlösung, von 0,05 m *Arsen(III)*- und *Antimon(III)*-lösung in 1 m Salzsäure (ohne und mit KBr) mit Bromatlösung und von *Arsen* mit 0,05 m Chloramin T in verschiedenen Grundlösungen beschrieben. Bei sämtlichen Titrationen sind Anoden- und Kathodenpotential laufend mit bestimmt worden, deren Differenzen eindeutig den Verlauf der direkt gemessenen Titrationskurven wiedergeben. Ihre Gestalt wird daher auf das Voraneilen oder Zurückbleiben des einen Elektrodenpotentials gegenüber dem der Gegenelektrode zurückgeführt.

[1] Analyst **83**, 212—222 (1958). Univ. Exeter (England). — [2] Bishop, E.: Mikrochim. Acta **1956**, 619; vgl. diese Z. **155**, 40 (1957). K. Cruse

Über acidimetrische potentiometrische Titrationen an der Kette Glaselektrode-Silberelektrode in Pyridin berichten M. G. Yakubik, L. W. Safranski und J. Mitchell, jr.[1]. Stets werden 0,4—1,5 mval Säure in 50 ml bereits neutralisiertem

Pyridin (Thymolblau als Indicator) unter Abschluß von Kohlensäure durch Stickstoff mit Natriummethylat (0,1 m) in Benzol-Methanol (4 + 1) titriert. Hervorgehoben wird, daß Titrationskurven erhalten werden, die in vielen Beispielen der 1. Ableitung der potentiometrischen Kurve entsprechen und die sich aus dem Potentialverlauf der beiden Elektroden auch gut deuten lassen. Bei Titrationen *sehr schwacher Säuren* (mit Dissoziationskonstanten von 10^{-10} in Wasser) werden nur S-förmige Kurven gewonnen. Der Einfluß von Wasserzugaben, das Verhalten in anderen Lösungsmitteln und mit anderen Titranden wird erörtert. Die Deutung der Kurven wird auf eine Überlagerung von chemischen und Polarisations-Effekten zurückgeführt, da ohne Stromfluß, also anders als nach E. Bishop[2], titriert wird. Eine Genauigkeit von 0,2 % wird erreicht. 0,02 mval Säure sind noch feststellbar.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1741—1744 (1958). E. I. du Pont de Nemours & Co., Inc., Wilmington, Del. (USA). — [2] Analyst **83**, 212 (1958); vgl. das vorstehende Ref. K. Cruse

Chronopotentiometrie. M. Ishibashi und T. Fujinaga[1] haben in Fortführung der Arbeiten über die *Strom-Polarographie*[2] auch Untersuchungen über die *Chronopotentiometrie mit wechselnder Stromdichte* an der Quecksilbertropfelektrode ausgeführt und festgestellt, daß in einem solchen Chronopotentiogramm im Gegensatz zum Polarogramm bei geregelter Stromstärke nicht allein schwerer sondern auch leichter reduzierbare Substanzen durch Stufen gekennzeichnet hervortreten, wenn eine geeignete Stromstärke gewählt ist. Hingewiesen wird in dieser vorläufigen Mitteilung auf ein Chronopotentiogramm einer Cd-Lösung mit 25fachem Bleigehalt, an dem zuerst — bei kleinem Tropfen und dementsprechend hoher Stromdichte — die Wasserstoffabscheidung, dann bei wachsendem Tropfen Cadmium und schließlich (deutlich getrennt) auch Blei reduziert wird.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **31**, 887—888 (1958). Univ. Kyoto (Japan). — [2] Ishibashi, M., u. T. Fujinaga: Anal. chim. Acta (Amsterdam) **18**, 112 (1958); vgl. diese Z. **165**, 128 (1959). K. Cruse

P. J. Elving und A. F. Krivis[1] haben die früher beschriebene *Graphitelektrode*[2] auch bei *chronopotentiometrischen Messungen* verwendet, wobei mit einer Platinelektrode als Gegenelektrode elektrolysiert und das Potential der Graphitelektrode gegen eine Silberchloridelektrode gemessen bzw. registriert wird. Zur Aufnahme von Chronopotentiogrammen erweist sich die Graphitelektrode in $5 \cdot 10^{-4}$ m Lösungen von Silber und von Quecksilber (in 0,1 n Kaliumnitratlösung) nur wenig geeignet, auch wenn vorpolarisiert wird. Eine ausführliche Untersuchung an Lösungen von *Dihydroxybenzolen* ($0{,}1 - 1 \cdot 10^{-3}$ m) in 0,5 m Acetatpufferlösung von p_H 5,5 zeigt, daß auch ein Gemisch aller drei Isomeren chronopotentiometrisch analysiert werden kann, wenn Übergangszeiten zwischen 8 und 20 sec und wenn Stromstärke und Elektrodenoberfläche konstant gewählt werden. Da Hydrochinon und Brenzcatechin nur eine gemeinsame Stufe ($E_{1/4}$ ist fast identisch) liefern, muß allerdings eine Komponente dann colorimetrisch oder auf andere Weise bestimmt werden. Gemische beider lassen sich dann aber auf im Mittel 1,3 % genau analysieren, auch wenn eine der Komponenten in hundertfacher Konzentration zugegen ist. Resorcin liefert eine von den übrigen Dihydroxybenzolen unabhängige Stufe. Nur für Resorcin wächst auch $\tau^{1/2}$ linear mit der Konzentration. — Bei der chronopotentiometrischen Analyse der *isomeren Phenylendiamine* treten vom gewählten p_H-Wert abhängige Elektrodenreaktionen auf. Sie werden ausführlich erörtert.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1648—1652 (1958). Univ. Ann Arbor, Mich. (USA). — [2] Elving, P. J., u. A. F. Krivis: Analyt. Chemistry **30**, 1645 (1958); vgl. diese Z. **169**, 46 (1959). K. Cruse

Analytische Anwendungen von Messungen der elektrischen Doppelschicht. D. C. GRAHAME[1] hat näher untersucht, wie weit sich die Messung der *Polarisationskapazität* und des *Polarisationswiderstands am Quecksilbertropfen* nach der früher beschriebenen Methode[2] für analytische Zwecke verwenden läßt. Zwar werden bei reversibel reduzierbaren Substanzen (Zinknitrat in 1 n Kaliumchloridlösung) gut auswertbare Spitzen in der Kapazitätskurve, sehr viel bessere in der Widerstandskurve erhalten, auch liegen die Maxima beim Halbstufenpotential, doch sind z. B. Ni, Ga und Chromat als irreversibel reagierende Depolarisatoren nicht nachweisbar. Die Methode ist also analytisch stärker begrenzt anwendbar als die Polarographie. Andere Substanzen wie Zn^{II}, Cr^{II}-Cr^{III} und Eu^{II}-Eu^{III} wieder zeigen nur bei Messung des Polarisationswiderstandes Maxima. Zum andern ist aber auch Sauerstoff auf diese Weise nachweisbar. Studiert wird auch das Verhalten an einer Gallium-Tropfelektrode, deren Verhalten in methanolischer Lösung dem der Quecksilbertropfelektrode überraschend analog ist. In der Nähe des elektrocapillaren Nullpunkts tritt in neutraler Lösung ein Oxydfilm auf, der die Reproduzierbarkeit der Messungen verschlechtert. — Die Verwendung fester Elektroden wird ebenfalls diskutiert.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1736—1741 (1958). College Amherst, Mass. (USA). — [2] GRAHAME, D. C.: J. Amer. chem. Soc. **63**, 1207 (1941); **68**, 301 (1946); **71**, 2975 (1949). K. CRUSE

Über die Herstellung von Membranelektroden aus anorganischen Fällungsprodukten, speziell aus Bariumsulfat, und über die Verwendung solcher Elektroden in der Potentiometrie haben R. B. FISCHER und R. F. BABCOCK[1] berichtet. Zur Herstellung wird fein pulverisiertes Bariumsulfat mit Paraffinwachs (je 100 mg) als inertem Klebmittel zu einer 1 mm starken Membran in das Ende eines 8 cm langen Glasrohrs von 10 mm Weite eingebaut. Das Potential wird innen und außen mit einer Kalomelelektrode abgeleitet und die Differenz in üblicher Weise gemessen. Vor der ersten Verwendung werden die Elektroden mindestens 24 Std in 10^{-2} m Lösung desjenigen Elektrolyten präformiert, der sich bei der Messung auch außen befindet. Geprüft wird das Verhalten in Lösungen von $BaCl_2$, Ba-Acetat, Na_2SO_4, NaCl, KCl, $Ba(OH)_2$, Li_2SO_4 und H_2SO_4 und für Bariumchlorid und Natriumsulfat auch in 10^{-2} m Natriumchloridlösung. Theoretische Steigungen der Potentialänderungen mit der Konzentration der außen befindlichen Lösung (10^{-4} bis 0,1 n) werden nicht erhalten, doch stehen die Ergebnisse durchaus in Einklang mit der Abhängigkeit eines Überführungspotentials, besonders wenn das positive Zeta-Potential der Membran und seine Veränderung durch Zugabe von Bariumionen (positiver!) oder Sulfationen (negativer!) berücksichtigt wird. Membranelektroden aus Bariumchromat liefern analoge Ergebnisse. In Messungen mit radioaktiven Lösungen wird belegt, daß stets vorwiegend das Gegenion überführt wird. Zu potentiometrischen Titrationen (Na_2SO_4 — $BaCl_2$, $Ba(OH)_2$ — H_2SO_4) ist die Membranelektrode wegen ihrer geringen Potentialeinstellgeschwindigkeit nur wenig geeignet.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1732 –1736 (1958). Univ. Bloomington, Ind. (USA). K. CRUSE

Coulometrie. Einen vorzüglichen Beitrag zu den *Grundlagen der Coulometrie* hat J. J. LINGANE[1] anläßlich der Verleihung der Fischer-Medaille 1958 gegeben. Ausgehend von der notwendigen Sicherstellung 100%iger Stromausbeute werden die Coulometrie bei konstantem Strom mit den erforderlichen Maßnahmen zur Regelung des Arbeitselektrodenpotentials, auch deren Bedeutung, eingehend und sehr anschaulich erläutert, ferner die Coulometrie bei konstantem Potential mit Hilfe des Potentiostaten, also mit automatischer Einstellung des Potentials der Arbeitselektrode auf den vorgegebenen Wert, wobei die Bedeutung der Quecksilberelektrode besonders hervorgehoben wird, da dann eine Festlegung des

geeigneten Kathodenpotentials aus polarographischen Arbeiten abgeleitet werden kann. Schließlich wird auch die coulometrische Titration mit den verschiedenen Verfahren der Endpunktsanzeige und mit den verschiedenen Vorteilen, Nachteilen und mit den Anwendungsgrenzen behandelt. Zu sämtlichen Methoden werden die grundsätzlichen Abhängigkeiten und Zusammenhänge, auch einige apparative Einzelheiten, an analytischen Beispielen besprochen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1716—1723 (1958). Harvard Univ., Cambridge, Mass. (USA). K. Cruse

Das Prinzip der kontinuierlichen coulometrischen Titration mit amperometrischer Endpunktsanzeige haben T. Takahashi und H. Sakurai[1] theoretisch behandelt und zugleich den Unterschied gegenüber Messungen mit potentiometrischer Endpunktsanzeige erörtert. Wesentlich ist, daß mit amperometrischer Endpunktsanzeige lineare Titrationskurven erhalten werden und daß die Spannungsempfindlichkeit am Arbeitspunkt nicht von der Konzentration des zu bestimmenden Stoffes abhängt, so daß die Steilheit der Titrationskurve freizügig gewählt werden kann (Widerstand für den Spannungsabfall des Indicatorstroms). In Testversuchen an verdünnten Lösungen *arseniger Säure* und Titration mit elektrolytisch entwickeltem Brom wird festgestellt, daß die Linearität zwischen Konzentration an arseniger Säure und Stromstärke besser ist als bei potentiometrischer Endpunktsanzeige, selbst wenn die Stromquelle nur aus einem gewöhnlichen Gleichstromverstärker besteht.

[1] Jap. Analyst **7**, 296—300 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Univ. Tokyo (Japan). K. Cruse

T. Takahashi und H. Sakurai[1] titrieren *Kaliumpermanganat, Kaliumdichromat oder Chlor* in saurer Lösung *coulometrisch* mit in einer gesonderten Zelle elektrolytisch entwickelten Eisen(II)-ionen. In der Reaktionszelle wird der Endpunkt potentiometrisch festgestellt. Die Differenz zwischen sich einstellendem Elektrodenpotential und Äquivalenzpunktspotential wird verstärkt zur Regelung des Entwicklungsstroms für Ferroionen verwendet, so daß der Elektrolysierstrom der Konzentration an Eisen(II)-ionen stets direkt proportional ist.

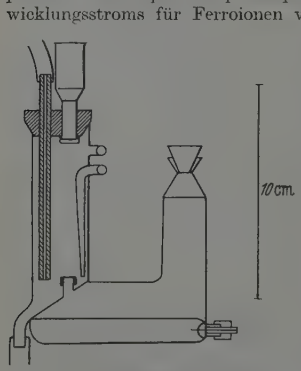


Abb. 1. Polarographisches Gefäß für Serienanalysen nach Kadič

[1] Jap. Analyst **7**, 631—636 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Univ. Tokyo (Japan). K. Cruse

Polarographie. *Ein polarographisches Gefäß für Serienanalysen*, das K. Kadič[1] empfiehlt (vgl. Schema Abb. 1), besteht aus dem eigentlichen Behälter und der abgetrennten Bezugselektrode. Beide Teile sind miteinander leitend mit Cellophan verbunden, das mechanisch und chemisch sehr widerstandsfähig ist und auf den elektrischen Widerstand des Geräts keinen Einfluß ausübt. Das Cellophan wird mit einem Gummiring von 2—3 mm Dicke auf dem Hälschen der Elektrode befestigt. Den Gummiring kocht man mit 1%iger Kalium- oder Natriumhydroxydlösung und dann mit Wasser aus. Den Behälter der Bezugselektrode füllt man mit der Elektrolytlösung so weit, daß ihr Spiegel das Niveau des Hälschens um 3—4 mm übersteigt. Die Cellophanmembran ist mehrere Monate haltbar. Als Bezugselektrode

verwendet man die gesättigte Kalomelelektrode oder eine Hg(II)-sulfatelektrode mit gesättigter Na_2SO_4-Lösung. Die leitende Verbindung mit der Hg-Schicht besorgt ein Pt-Drähtchen, das in die Glaswandung eingeschmolzen ist. Um die Analyse kleiner Volumina (4—5 ml) zu ermöglichen, ist das Aufnahmegefäß innen siliconiert. Das angelieferte Gefäß entfettet man in Chromschwefelsäure, trocknet und spült mit 3%iger benzolischer Siliconlösung, worauf man 8 Std auf 200° C erhitzt. Das so vorbereitete Gefäß kann man ohne Nachspülen quantitativ entleeren. Das Ende des Ablaßstutzens wird mit Gummischlauch und Quetschhahn versehen. Der Behälter ist oben mit einem Gummistopfen verschlossen, durch dessen eine Bohrung die Capillare der Hg-Elektrode geführt wird, während durch die zweite ein siliconierter Einfülltrichter eingesetzt ist. Eine dritte Öffnung dient dem Austritt des eingeleiteten inerten Gases.

[1] Chem. Průmysl 8, 249 (1958) [Tschechisch]. Verein f. chem. u. metallurg. Produktion, Ústí n. L. (Außig a. E.) (ČSR). H. Freytag

S. Oka[1] hat einen *Polarographen* beschrieben, der eine *automatische Korrektur für das Indicatorelektrodenpotential* sicherstellt und daher zur Bestimmung von Halbstufenpotentialen besonders geeignet ist. Im Prinzip beruht die Korrektur auf einer Hilfsgegenspannung zur Eliminierung des Spannungsabfalls in der Meßzelle und des Potentials des Bodenquecksilbers. Dabei ist die Schaltung derart ausgelegt, daß eine Bezugselektrode dann genau kompensiert ist, daß also Abweichungen von der vollständigen Kompensation eine Potentialdifferenz bedingen, die über einen Verstärker und über einen Servomotor laufend korrigiert wird. Die Empfindlichkeit dieser Vorrichtung liegt bei 1 mV. Die Schaltung ist ausführlich beschrieben, zahlreiche Testversuche bestätigen die zuverlässige Funktion des Korrektors, mit dem in der Polarographie übliche Genauigkeiten erreicht werden.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1635—1638 (1958). Shimadzu Seisakusho Ltd., Kyoto (Japan). K. Cruse

II. Analyse anorganischer Stoffe

Germanium. F. G. Žarovskij und A. T. Pilipenko[1] stellen fest, daß das in den gewöhnlichen organischen Lösungsmitteln unlösliche *Germaniumphenylfluoronat*[2] in Cyclohexanon in Lösung geht und in dieser Lösung als Komplex von der wahrscheinlichen Zusammensetzung $GeO(C_{19}O_5H_{11})_2$ vorhanden ist. Die Lösung besitzt ein scharfes Absorptionsmaximum bei 543 mμ. Das Germaniumphenylfluoronat eignet sich zur colorimetrischen Ge-Bestimmung. Das Germanium wird von störenden Elementen, besonders Sb und Sn, durch Destillation als $GeCl_4$ und Extraktion mit Tetrachlorkohlenstoff abgetrennt. — *Analysengang*: 0,2 -0,5 g der feingepulverten Probe werden im Eisentiegel mit der 5—6fachen Menge Na_2O_2 aufgeschlossen. Der Schmelzkuchen wird mit wenig Wasser ausgelaugt und unter Kühlung mit Salzsäure neutralisiert. Zur Lösung, die getrübt sein kann, gibt man das gleiche Volumen konz. Salzsäure, bringt in eine Destillationsapparatur und versetzt mit 0,5 g, bei sulfidischen Proben mit 2 g $KMnO_4$. Man destilliert die Hälfte der Ausgangslösung über und gibt zum Destillat etwas Natriumsulfit. Man nimmt davon 5 ml ab und bestimmt den Säuregehalt durch Titration mit 6 n Natronlauge gegen Phenolphthalein. Dann versetzt man einen aliquoten Teil des Destillats in einem Scheidetrichter mit soviel konz. Salzsäure, daß die Lösung 9—10 n daran wird und fügt noch 20 ml CCl_4 dazu. Man schüttelt 2 min kräftig durch, trennt die CCl_4-Schicht ab und wäscht sie 2mal mit je 3 ml 10 n Salzsäure. Anschließend schüttelt man das Germaniumchlorid aus der nichtwäßrigen Lösung mit 10 ml 1 : 20 verd. Ammoniak 2 min lang wieder aus und gibt die wäßrige Phase

in ein Colorimetriergefäß. Man versetzt die Lösung mit 1,25 ml konz. Salzsäure, 2,5 ml 0,5%iger Gelatinelösung, 5 ml 0,03%iger alkoholischer Lösung von Phenylfluoron und verdünnt mit Wasser auf 25 ml. Nach 30 min colorimetriert man visuell gegen Standardlösungen oder photocolorimetriert mit Grünfilter. Bei salzsäurelöslichen, germaniumhaltigen Proben können Aufschluß und Destillation unterbleiben. Man löst die Probe in konz. Salzsäure, versetzt mit 20 ml 10 n Salzsäure, gibt die Lösung in einen Scheidetrichter und verfährt weiter wie oben.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1192—1194 (1958) [Russisch]. Univ. Kiev (UdSSR). — [2] Stipanits, P., u. F. Hecht: diese Z. **152**, 185 (1956). K. Hertzog

Fluor. A. C. D. Newman[1] beschreibt ein Verfahren zur spektrophotometrischen Fluorbestimmung auf Grund der Ausbleichung des *Aluminiumkomplexes von Natriumchinalizarinsulfonat*. Chinalizarin (1,2,5,8-Tetrahydroxyanthrachinon) selbst ist wegen seiner Unlöslichkeit in Wasser und der Schwerlöslichkeit in den meisten organischen Lösungsmitteln als Reagens ungeeignet. Verf. stellt das wasserlösliche Sulfonat durch Einwirkung von rauchender Schwefelsäure (20% SO_3) auf Chinalizarin bei 70—80° C und Neutralisation der erhaltenen Disulfosäure mit Natronlauge her (genaue Herstellungsvorschrift im Original). Der Aluminiumkomplex zeigt in Acetatpufferlösung (p_H-Optimum 3,9) Absorptionsmaxima bei 265 und 495 mμ. Gemessen wird aber nicht bei den Wellenlängen der Maxima sondern bei 540 mμ, weil bei dieser Wellenlänge die Absorption des Aluminiumkomplexes die größte Differenz gegenüber der Absorption der Reagenslösung besitzt. Die Untersuchungen zeigen übrigens, daß mehrere Aluminiumkomplexe zu existieren scheinen mit den Molverhältnissen Al : Chinalizarinsulfonat 1 : 1, 2 : 1 oder 3 : 1. Die Reaktion ist beim p_H-Optimum 3,9 in 10 min nahezu quantitativ. Die Fluoridbestimmung wird schon durch Mikromengen Fe und Al, außerdem durch größere Mengen Ca, Mg und Phosphat beeinträchtigt. — *Fluorbestimmung in Phosphatmineralien.* Die Proben werden in alkalischer ÄDTA-Lösung gelöst. Aliquote Teile, die 16—320 μg Fluor enthalten, werden zur Entfernung der störenden Ionen auf Säulen mit einem stark basischen Anionenaustauscherharz aufgegeben[2]. Das Fluorid wird aus der Säule mit 100 ml 0,025 m Ammoniumchloridlösung eluiert, die mit Ammoniak auf p_H 9,2 gepuffert ist. Die Störionen bleiben auf der Säule adsorbiert. 10 ml Eluat werden mit 2 ml Pufferlösung p_H 3,9 [60 ml Eisessig + 25 ml Salzsäure (D 1,18) + 45 ml Ammoniaklösung (D 0,880) + 800 Wasser, mit weiterem Ammoniak auf p_H 3,9 eingestellt und mit Wasser auf 1 l gebracht] und 10 ml Farbreagens (siehe unten) versetzt und im Meßkolben mit Wasser auf 50 ml aufgefüllt. Die Messung erfolgt bei etwa 550 mμ gegen eine Blindlösung, die alle Reagentien und außerdem 108 μg Fluor enthält. Die Standards werden aus 10 ml Eluat, 2 ml Pufferlösung, 10 ml Farbreagens sowie 0; 10,8—108 μg Fluor (als Natriumfluorid) und Auffüllen auf 50 ml hergestellt. Die gefundenen Prozente Fluor sinken etwas mit wachsender Einwaage. Die Abnahme (maximal 0,18%, meist etwa 0,08%) ist aber für die meisten Zwecke ohne Bedeutung. — *Farbreagens.* Man stellt eine Lösung her, die 0,10 g Chinalizarinsulfonat und 100 ml Pufferlösung in 500 ml enthält, und mischt diese Lösung im Volumverhältnis 1 : 1 mit einer $4 \cdot 10^{-4}$ m Lösung von Kaliumaluminiumalaun (0,18976 g im Liter). Das Reagens ist mindestens 1 Monat beständig.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 580—586 (1958). Lawes Agricult. Trust, Harpenden, Herts. (England). — [2] Newman, A. C. D.: Anal. chim. Acta **19**, 471 (1958); vgl. diese Z. **169**, 438 (1959). H. Kurtenacker

S. K. Yasuda und J. L. Lambert[1] beschreiben ein Verfahren zur photometrischen Bestimmung von Fluorid mit einem Thorium-Alizarinrot S-Komplex, der an Cellulose adsorbiert ist. Fluorid setzt durch eine Austauschreaktion einen

rotviolett gefärbten Komplex in Freiheit, der bei 520 mμ die Bestimmung von 0—15 ppm Fluorid gestattet. Die meisten störenden Ionen werden durch Ionenaustausch entfernt. — *Ausführung.* Eine Ionenaustauschersäule (Länge 15 cm, ∅ 3,1 cm) wird mit Amberlite IR-120 in der H^+-Form beschickt. 75 ml der Probelösung werden mit 60 Tr./min durch die Säule gegeben. Wenn die Flüssigkeit völlig in die Säule eingetreten ist, werden weitere 150 ml der Probelösung zugegeben. Wenn der Flüssigkeitsspiegel etwa 1,8 cm unter die Säulenoberfläche abgesunken ist, werden die folgenden 100 ml Eluat aufgefangen. Das Eluat wird mit 5 n Salpetersäure auf p_H 3,5 gebracht, 5—6 min gekocht, mit 2,5 ml 1%iger Silbernitratlösung versetzt und 2—3 min aufgekocht. Nach dem Abkühlen wird filtriert und der p_H-Wert mit 0,5 n Natronlauge auf 7,0 eingestellt. Das Volumen wird auf 100 ml aufgefüllt und 25 ml davon werden mit einem Reagenspapier versetzt. Es wird 5 min konstant gerührt und dann die Absorption der Lösung bei 520 mμ gemessen. Der Fluoridgehalt wird einer Eichkurve entnommen. Es stören Sulfatgehalte über 450 ppm. Auch auf genaue p_H-Einstellung muß geachtet werden. — *Herstellung des Reagenspapiers.* Filtrierpapier Whatman Nr. 42 wird mit 1%iger Alizarinrot S-Lösung getränkt und abgetrocknet. Vor dem Gebrauch wird das Papier in 1%iger Thoriumnitratlösung, die mit 0,2 m Salzsäure — 0,2 m KCl-Lösung auf p_H 1,8—1,9 gepuffert ist, imprägniert und mehrere Male mit Wasser abgewaschen und abgetrocknet. Das Original enthält ausführliche reaktionschemische Einzelheiten und Toleranzgrenzen für störende Ionen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1485—1489 (1958). State College, Manhattan, Kansas (USA). H. Zimmer

A. L. Goldinov, V. I. Luchovickij, A. M. Gorovic und B. S. Roginskaja[1] geben eine Methode zur Fluorbestimmung an, die auf folgender Reaktion beruht: $3NaF + 5H_3BO_3 \rightarrow NaBF_3OH + Na_2B_4O_7 + 7H_2O$, bei der das entstandene Borat konduktometrisch titriert wird. Die Gegenwart größerer Mengen von Salzen starker Säuren stört die Bestimmung; bei einem Verhältnis von NaF:NaCl = 1:9 beträgt der Fehler 4%. Salze schwacher Säuren dürfen nicht vorhanden sein, ferner stören alle Kationen, die bei $p_H \sim 7{,}5$ einen Niederschlag geben. Der mittlere Fehler der Bestimmung von reinem NaF beträgt bis ± 0,8%, wenn man in wäßrig-alkoholischer Lösung arbeitet. Die Methode kann zur *Bestimmung von Fluor in Co-, Mn- und Sb-Fluoriden* dienen. — *Analysengang.* Die Einwaage wird in einem 250 ml-Erlenmeyer-Kolben mit dem 1,5—2fachen Überschuß von 1 n Natronlauge versetzt und 1 Std gekocht. Der Kolben wird mit einem Stopfen verschlossen, durch den 2 Glasrohre zum Durchleiten eines CO_2-freien Sauerstoffstromes und ein Tropftrichter führen, durch den verdampftes Wasser ersetzt wird. Man filtriert in einen 250 ml-Meßkolben und füllt mit dem heißen Waschwasser auf. Davon nimmt man 50 ml in das Leitfähigkeitsgefäß ab, neutralisiert mit 0,1 n Salzsäure gegen Phenolphthalein, versetzt mit 1,2 g Borsäure und 50—60 ml dest. Äthanol und titriert nach Abkühlung auf Zimmertemperatur konduktometrisch mit 0,1 n Salzsäure. Der mittlere Fehler übersteigt hierbei nicht 1,1%. Wenn die Analysenprobe kein Co, Sb und Mn enthält, kann die Vorbehandlung mit Alkali unterbleiben.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 583—585 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
K. Hertzog

J. J. den Herder und J. A. C. van Pinxteren[1] haben eine *amperometrische Methode zur Fluoridbestimmung* mit Eisen(III)-chlorid an der rotierenden Platinelektrode ausgearbeitet und zur *Analyse von Trinkwasser* als Vorschrift angegeben: 200 ml Wasser werden mit 10%iger Natronlauge eben alkalisch gemacht (Phenolphthalein) und im Kjeldahl-Kolben auf 50 ml eingedampft. Nach Zugabe von 15 ml

konz. Schwefelsäure wird in einer Wasserdampfdestillierapparatur bis auf 135° C erwärmt, dann Wasserdampf durchgeleitet und 200 ml Destillat werden aufgefangen. 100 ml hiervon werden nach Zugabe von etwas Ammoniak in der Platinschale auf 3 ml eingedampft, mit 5 ml Äthanol aufgenommen und auf 10 ml aufgefüllt. 3 ml der Lösung, mit 3 ml Äthanol und 2 g festem Natriumchlorid vermengt, werden dann mit 0,0016 m Eisen(III)-chloridlösung an der rotierenden Platinelektrode, ohne Anlegen einer Spannung, gegen eine ges. Kalomelelektrode titriert. Nach jeder Zugabe von 0,1 ml wird 1 min bis zum Ablesen des Galvanometerstands gewartet. Die zur Trennung von Carbonat, Hydrogencarbonat und Phosphat erforderliche Wasserdampfdestillation kann nicht durch die Fällungsmethode nach A. M. Bond und M. M. Murray[2] ersetzt werden. Die Methode liefert mit Analysen nach S. Megregian[3] übereinstimmende Ergebnisse.

[1] Pharmac. Weekbl. **93**, 1013—1023 (1958) [Holländisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Univ. Utrecht (Niederlande). — [2] Biochemic J. **53**, 642 (1953); vgl. diese Z. **141**, 288 (1954). — [3] Analyt. Chemistry **26**, 1163 (1954); vgl. diese Z. **154**, 284 (1957).

K. Cruse

Ein komplexometrisches Verfahren zur Schnellbestimmung von Fluorid beschreibt S. Wilska[1]. Fluorid wird in alkoholischer Lösung mit einer abgemessenen Ca-Chloridmenge gefällt, das überschüssige Calcium wird mit ÄDTA-Lösung und Eriochromschwarz T als Indicator zurücktitriert. Es stören Anionen die mit Calcium unlösliche Niederschläge geben, so z. B. Carbonat und Phosphat. Schwermetalle müssen durch K-Cyanidzusatz maskiert werden. — *Ausführung.* 2 ml der zu prüfenden Lösung mit 2—30 mg Fluoridion werden mit 10 ml 0,1 Ca-Chloridlösung, 40 ml 60%igem Äthanol, 5 ml Pufferlösung (siehe unten) und 5 Tr. 0,5%ig äthanolischer Eriochromschwarz T-Lösung versetzt. Es wird noch ein Blindansatz ohne Fluoridzusatz gemacht. Beide Lösungen werden mit 0,1 m ÄDTA-Lösung aus einer Mikrobürette bis zum Umschlag von Blau nach Rot titriert. Die Reproduzierbarkeit beträgt $\pm$ 0,2 mg F^-. Das Verfahren läßt sich bei der Betriebsüberwachung in der Herstellung löslicher Fluoride anwenden. Die Arbeitsdauer beträgt 5 min. — *Pufferlösung.* 54 g Ammoniumchlorid werden unter Zusatz von 350 ml 25%igem Ammoniak sowie 20 g Magnesiumkomplexonat in Wasser gelöst und auf 1 l aufgefüllt.

[1] Suomen Kemistilehti A, **31**, 400—401 (1958). Inst. Technol., Helsinki (Finnland).

H. Zimmer

Zur Abtrennung von Fluorid von störenden Kationen und Anionen bindet A. C. D. Newman[1] die durch Komplexon maskierten Kationen sowie Phosphat und Sulfat an einen stark basischen Anionenaustauscher, während Fluorid durchläuft. — *Ausführung.* De-Acidite FF wird trocken auf eine Größe von —60 + 100 B. S. S. gemahlen und durch mehrfache Behandlung mit 1 n Natronlauge und 1 n Salzsäure in die Chloridform gebracht. Zum Waschen der Austauschersäule (20 cm hoch, 1 cm Durchmesser, angeschmolzener „Schwanenhals" mit 1,5 mm-Capillare) dient eine 0,025 m Ammoniumchloridlösung. Man löst 53,5 g NH_4Cl in 800 ml Wasser und stellt durch Zufügen von Ammoniak (D 0,88) mittels eines p_H-Meters auf p_H 9,2 ein. Nach Auffüllen zu 1 l werden 25 ml auf 1 l verdünnt. — 0,2 g Phosphaterz werden in einem 250 ml-Becherglas mit 6 ml 1 n Salzsäure 24 Std lang stehen gelassen, wobei ohne zu erhitzen gelegentlich umgeschüttelt wird. Nach Zusatz von 3 ml ÄDTA-Lösung wird einige Minuten auf 70° C erwärmt (93 g Dinatrium-ÄDTA werden in 60 ml Ammoniak [D 0,88] gelöst und auf 250 ml verdünnt). Nach dem Abkühlen filtriert man die Lösung in einen 250 ml-Meßkolben und füllt zur Marke auf. 10 ml dieser Lösung werden auf die Säule gebracht, und nach dem Durchlaufen

wird mit 10 ml Wasser gewaschen. Zur Elution benutzt man die 0,025 m Ammoniumchloridlösung. Man verwirft die ersten 15 ml und fängt die folgenden 100 ml, die das gesamte Fluorid enthalten, in einem 100 ml-Meßkolben auf. 10 ml dieser Lösung werden mit 0,1 m Monochloressigsäure gegen Bromthymolblau titriert, bis 1 Tr. der Säure gerade den Umschlag nach Gelb bewirkt. Dann werden 40 ml der durchgelaufenen Lösung in einen 50 ml-Meßkolben pipettiert und mit der 8fachen Menge Monochloressigsäure versetzt, mit der zuvor die 10 ml titriert worden sind. Nach dem Auffüllen zur Marke werden 15 ml entnommen, mit 1 ml Indicator (0,01%ige Lösung von Alizarinrot S) versetzt, auf etwa 22 ml mit Wasser verdünnt und in eine 4 cm-Küvette eines Absorptiometers gebracht. Aus einer Halbmikrobürette titriert man in gleichen Schritten (0,2 ml) mit 0,0005 m Thoriumnitratlösung und mißt die Absorption gegen Wasser bei 520 mμ. Man trägt die Zunahme der Absorption je Milliliter für jedes Teilvolumen ($\Delta A/\Delta V$) gegen das Volumen des benutzten Titriermittels auf. Das Maximum entspricht dem Endpunkt. Die Titration wird zweimal mit zwei anderen aliquoten Teilen wiederholt. Der Fluoridgehalt wird aus einer Eichkurve entnommen, die mit Natriumfluorid auf die gleiche Weise wie hier beschrieben hergestellt ist. Wenn der Fluoridgehalt in dem aliquoten Teil der Elutionslösung V ml Natriumfluoridlösung der Molarität m äquivalent ist, und wenn W das Gewicht der Probe in g ist, dann ist der Prozentgehalt Fluor im Phosphaterz = 396 mV/W. — Das Verfahren liefert sehr gute Werte, kann aber in der hier angegebenen Art nur für die Bestimmung von nicht mehr als 1 mg Fluor benutzt werden. Es dürfte auch für solche Phosphate verwendbar sein, die mit Natriumcarbonat aufgeschlossen werden müssen. Für die sichere Abtrennung der großen Carbonatmenge müßte dann wohl die Austauschersäule vergrößert werden.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 471—476 (1958). Lawes Agricult. Trust, Harpenden (England). R. Klement

Chlorat. L. J. Csányi und M. Szabó[1] untersuchen in Fortführung der Arbeit von K. Gleu[2] die *Chloratreduktion mit arseniger Säure und Osmiumtetroxyd als Katalysator* eingehend. Die Versuche zeigen, daß die Chloratreduktion mit As^{III} und OsO_4 allein selbst nach 6 Std noch nicht vollständig ist. Durch eine Induzierung wird sie jedoch so beschleunigt, daß sie praktisch momentan verläuft. Auf Grund von verschiedenen Beobachtungen, wie wechselnde Oxydation von As^{III} durch Luft und somit positive Bestimmungsfehler, Chlordioxydentwicklung u. a. nehmen die Verfasser als induzierende Reaktion die Bildung von As^{IV} an. Dies wird gestützt durch die Tatsache, daß die induzierende Wirkung nur von „1-Äquivalentreagentien" [z. B. Cer(IV)-sulfat] ausgeht. Das gebildete As^{IV} reduziert Chlorat sehr rasch zu Chlordioxyd, das seinerseits mit As^{III} Chlorit bildet. Dieses wird durch As^{IV} in das ClO-Radikal überführt, das schließlich in Chlorid übergeht.

1. $HClO_3 + As^{IV} \rightarrow As^{V} + HClO_3^- \rightleftharpoons ClO_2 + OH^-$
2. $ClO_2 + As^{III} \rightarrow As^{IV} + ClO_2^-$
3. $HClO_2 + As^{IV} \rightarrow As^{V} + HClO_2^- \rightleftharpoons ClO + OH^-$
4. $2\,ClO + 4\,H^+ + 3\,As^{III} \rightarrow 2\,Cl^- + 2\,H_2O + 3\,As^{V}$.

Auf Grund dieser Erkenntnisse wird zur besonders genauen *Chloratbestimmung* (0,1% Fehler) folgende *Arbeitsweise* empfohlen: Die Probe mit 3—35 mg Chlorat wird mit 10—20 ml 20%iger Schwefelsäure und 5—10 ml 0,1 n Silbernitratlösung versetzt und auf 50—60 ml verdünnt. Die Lösung wird durch Zugabe von 1—2 g Kaliumhydrogencarbonat entlüftet und anschließend mit 0,1 n As^{III}-Lösung im Überschuß sowie 2 Tr. OsO_4-Lösung versetzt. Nach 1—2 min titriert man den As^{III}-Überschuß mit Cer(IV)-sulfatlösung zurück.

[1] Talanta (London) **1**, 359—366 (1958). Univ. Szeged (Ungarn). — [2] Diese Z. **95**, 385 (1933). E. Bankmann

Polarographische Jodidbestimmung in Schmelzen. Zwischen 270 und 390° C gelang es R. M. Novik und Ju. S. Lialikov[1], in Schmelzen von KNO_3 und $NaNO_3$ Polarogramme des Jodidions zu erhalten, die aus zwei Halbwellen bestehen, deren erste der Oxydation des Jods entspricht und deren Höhe dem Jodgehalt proportional ist. Bei der Ausführung wurden Pt-Elektroden, deren Potential auf Glaselektroden bezogen werden konnte, verwendet. Der Temperaturkoeffizient des Diffusionsstromes betrug 1,5%/° C, und die Höhe des Diffusionsstromes wies eine lineare Abhängigkeit von der Jodkonzentration auf. Gleichzeitig wurde auch die Möglichkeit einer amperometrischen Titration von J^- mit $AgNO_3$ und $K_2Cr_2O_7$ in Schmelzen untersucht und festgestellt, daß das Verfahren zufriedenstellende Werte liefert. In Gegenwart von Cd oder Pb treten auch in der Schmelze die Jodokomplexe dieser Metalle auf. Benutzt man beim polarographischen sowie amperometrischen Verfahren an Stelle der Alkalinitrate Alkalichloride als Grundelektrolyt, muß die Temperatur der Schmelze zwischen 700 und 750° C liegen.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 691—694 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatsuniv. Kišinev. O. Gautsch

Über die polarographische Bestimmung des Jodations in flüssigem Ammoniumnitrat-Ammoniakat (Diverssche Flüssigkeit) berichten W. Hubicki und J. Matysik[1]. In Fortsetzung der früheren Messungen[2] wird damit bewiesen, daß sich auch Anionen in dieser Lösung quantitativ bestimmen lassen. — Die Eichlösungen (2—56 mg/l) werden durch Abmessen wäßriger Kaliumjodatlösung (1 mg/ml), Eindampfen und Entwässern bei 110° C, und Auffüllen mit Diverscher Flüssigkeit bei 0° C hergestellt. Polarographiert wird ebenfalls bei 0° C in verschlossenem Gefäß an der Tropfelektrode (t = 1,5 sec, 5,03 mg je Tropfen) gegen das Bodenquecksilber. Das Halbstufenpotential liegt bei 0,75 V, die Höhe der gut ausgebildeten Stufe ist der Konzentration linear proportional. Gestützt auf die Thalliumstufe wird die Elektronigkeit der Reaktion von Jodationen zu 5,13 erhalten. — Auch das JO_4-Ion liefert eine Stufe mit einem um nur 0,04 V verschiedenen Halbstufenpotential.

[1] Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska, Sect. AA **11**, 39—45 (1956). Univ. Lublin (Polen). — [2] Hubicki, W., u. J. Matysik: Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska Sect. AA **9**, 1 u. 71 (1954); vgl. diese Z. **157**, 446 (1957). — Hubicki, W.: Ann. Univ. Mariae Curie-Skłodowska Sect. AA **10**, 43 (1957); vgl. diese Z. **162**, 53 (1958). K. Cruse

Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander. L. Szekeres[1] beschreibt in Zusammenhang mit früheren Mitteilungen[2] ein Verfahren, das auf der Reduktion von Perjodat mit Wasserstoffperoxyd in alkalischer Lösung und jodometrischem Messen des entstandenen Jodats beruht. — *Ausführung.* Die Lösung wird mit Natriumhydrogencarbonat alkalisiert und mit Wasserstoffperoxyd am Wasserbad bis zum vollständigen Zersetzen des letzten erwärmt. In der erhaltenen Lösung wird mit Natriumthiosulfatlösung nach Ansäuern und Zugabe von Kaliumjodid das gesamte Jodat bestimmt. In einem zweiten Lösungsanteil wird *Jodat* nach Zugabe von Kaliumjodid und Säure ebenfalls mit Natriumthiosulfatlösung gemessen. Die Differenz der beiden Titrationen entspricht dem *Perjodatgehalt.*

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **63**, 273—275 (1957) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.fass), Agrarwiss. Univ., Budapest (Ungarn). — [2] Szekeres, L., Magyar Kémiai Folyóirat **60**, 249 (1954); vgl. diese Z. **147**, 141 (1955). — L. Szekeres, E. Kardos und M. Rády: diese Z. **160**, 401 (1957). J. Plank

Zur Bestimmung von Arsenat-, Jodat-, Perjodat- und Bromationen gibt L. Szekeres[1] folgendes *Verfahren* an: Ein Lösungsanteil wird mit Schwefelsäure auf etwa 0,5n angesäuert, Kaliumjodid zugegeben und das durch *Jodat, Perjodat*

und Bromat freigesetzte Jod mit Natriumthiosulfatlösung gemessen. Arsenat scheidet unter diesen Verhältnissen nur eine vernachlässigbare Menge Jod aus. Ein zweiter Lösungsanteil wird mit Natriumhydrogencarbonat alkalisiert und mit Wasserstoffperoxyd am Wasserbad bis zum vollständigen Zersetzen des letzten erwärmt. Nach Zugabe von Kaliumjodid und Schwefelsäure und Titration mit Natriumthiosulfatlösung ergibt sich als Differenz der ersten und zweiten Titration die *Perjodatmenge*. Ein dritter Lösungsanteil wird mit Schwefelsäure angesäuert und festes Kaliumbromid zugegeben. *Bromat* wird zu Brom und *Perjodat* zu Jodat reduziert. Das dabei freigesetzte Brom wird nach Neutralisation mit Natronlauge und Alkalisieren mit Natriumhydrogencarbonat gebunden und das gebildete Hypobromit mit Wasserstoffperoxyd oder Carbamid zersetzt. Nach Ansäuern der mit Kaliumjodid versetzten Lösung wird mit Natriumthiosulfatlösung das aus Perjodat gebildete und das ursprüngliche *Jodat* gemessen und da die Menge der ersteren bereits bekannt ist, ergibt die Differenz die Jodatmenge. Im vierten Lösungsanteil wird die *Arsenat*menge bestimmt. Durch Zugabe von festem Kaliumbromid und 4%iger Kaliumjodidlösung werden die Halogenate zu Halogeniden reduziert bzw. Jod freigesetzt. Dieses wird mittels Natriumhydroxyd und Wasserstoffperoxyd zu Jodid reduziert, nachher wird die Lösung mit Salzsäure stark angesäuert, festes Kaliumjodid zugegeben und nach 15 min das durch Arsenat freigesetzte Jod mit Natriumthiosulfatlösung gemessen. — In ähnlicher Weise können, ebenfalls in vier Lösungsanteilen, *Jodat-*, *Perjodat-*, *Bromat-* und *Chromationen* bestimmt werden. In diesem Fall werden im ersten Lösungsanteil alle vier Ionen jodometrisch gemessen, im zweiten wie oben Perjodat bestimmt, im dritten Jodat, Perjodat und Chromat gemeinsam gemessen und im vierten die vier Ionen reduziert, die Chrom(III)-ionen in alkalischer Lösung mit Wasserstoffperoxyd oxydiert und nach Ansäuern Chromat jodometrisch bestimmt.

[1] Magyar Kémiai Folyóirat **64**, 230—232 (1958) [Ungarisch]. (Mit dtsch. Zus.-fass.) Agrarwiss. Univ., Budapest (Ungarn). J. Plank

Eisen *zur Bestimmung von metallischem Eisen in Gegenwart von Eisen(II)- und Eisen(III)-oxyd* löst I. T. Taranenko[1] das metallische Eisen in Eisen(III)-chloridlösung und titriert dann den Eisen(III)-überschuß jodometrisch. Eisen(II)- und Eisen(III)-oxyd stören dabei nicht. — *Analysengang.* 0,1—0,5 g des feingepulverten Materials werden in einem 100—150 ml Erlenmeyer-Kolben mit 25—50 ml 5%iger $FeCl_3$-Lösung und 25 ml dest. Wasser versetzt und 15—20 min bei aufgesetztem Luftkühler gekocht. Nach Abkühlung auf Zimmertemperatur nimmt man von der überstehenden Lösung 25 ml in einen 200 ml-Erlenmeyer-Kolben ab. Man spült die Pipette mit 25—50 ml dest. Wasser aus, gibt zur Lösung 20—15 ml farblose 10%ige Kaliumjodidlösung und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,1 n Thiosulfatlösung. Analog verfährt man mit einer Blindprobe. Eine Bestimmung dauert etwa 1 Std, die Resultate stimmen mit den nach der Methode von Christensen erhaltenen Zahlen gut überein. Die Analysendauer bei diesem Verfahren beträgt aber 25 Std.

[1] Zavodskaja Laborat. **24**, 1184—1185 (1958) [Russisch]. Zentrallabor. Industrie. K. Hertzog

Ein Verfahren zur photometrischen Bestimmung von Eisen(III) beschreiben F. Bermejo Martinez und R. Rey Mendoza[1]. *1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure* reagiert mit Eisen(III)-ionen unter Bildung eines bei 400 mμ absorbierenden Chelatkomplexes. Das Beersche Gesetz ist im Bereich von 30—250 μg Fe^{III}/ml erfüllt. Es stören Co^{II}-, Ni^{II}-, Mn^{II} und in besonders starkem Maße Cu^{II}-Ionen. — *Ausführung.* Die zu untersuchende Lösung mit 30—250 μg Fe^{III} wird mit 3 ml einer 5%igen Lösung des Dinatriumsalzes des Reagenses versetzt. Der p_H-Wert wird

durch tropfenweise Zugabe von 2 m Natronlauge auf p_H 4 eingestellt. Das Volumen wird auf 25 ml aufgefüllt und die Absorption bei 400 mμ gegen Wasser gemessen.

[1] Chemist-Analyst **47**, 94—95 (1958). Univ. Santiago de Compostela (Spanien).
H. Zimmer

Hexacyanoferrat(III). Ein von F. Lucena-Conde und I. Sánchez Bellido[1] beschriebenes maßanalytisches Bestimmungsverfahren beruht darauf, daß Quecksilber(I)-perchlorat in Gegenwart von Thiocyanat Hexacyanoferrat(III) zum zweiwertigen Zustand reduziert. Das entstehende Quecksilber(II) bildet mit Thiocyanat einen starken löslichen Komplex und verhindert so die störende Fällung von Quecksilber(II)-hexacyanoferrat(II). Der Endpunkt der Bestimmung wird potentiometrisch erfaßt. Die Bestimmung gelingt im p_H-Bereich 3 -7 und bei einer Thiocyanatkonzentration von mindestens 1 m. Eine störende Nebenreaktion von Thiocyanat mit Hexacyanoferrat(III) wird durch das Mischen der Komponenten unmittelbar vor der Bestimmung verhindert. — *Ausführung.* Die zu untersuchende Lösung, mit etwa 0,4—3 mÄqu. Hexacyanoferrat(III), wird mit 5 ml Essigsäure versetzt. Nach dem Verdünnen der Lösung auf 100 ml werden 5 ml 5 n Essigsäure und 20 ml 5 n Kaliumthiocyanatlösung zugesetzt. Bei einer Temperatur unter 20° C wird mit 0,1 n Quecksilber(I)-perchloratlösung titriert. Der Endpunkt der Bestimmung ist an einem deutlichen Potentialsprung zu erkennen. Beleganalysen zeigen, daß die Genauigkeit der Bestimmung $\pm$ 0,26% beträgt.

[1] Talanta (London) **1**, 305—309 (1958). Univ. Salamanca (Spanien).
H. Zimmer

R. S. Saxena und C. S. Bhatnagar[1] weisen auf die vorzügliche Reproduzierbarkeit und Genauigkeit der *potentiometrischen Titration von Kaliumhexacyanoferrat(III) mit Silbernitrat* hin, die in beiden Richtungen experimentell geprüft wird. Als Indicatorelektrode dient eine versilberte Platindrahtnetzelektrode, die gegen eine gesättigte Kalomelelektrode geschaltet wird. Gesättigte Kaliumnitratlösung dient als Brückenlösung. Die Potentialeinstellung erfolgt in gerührter Lösung sehr schnell, der Potentialsprung im Äquivalenzpunkt ist sehr ausgeprägt und symmetrisch. Zugaben von 20% Äthanol und von 1 g Ammoniumnitrat zu 20 ml sind ohne Einfluß auf das Ergebnis.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 402—405 (1958). Gov. College, Kota, Rajasthan (Indien).
K. Cruse

Über den Nachweis und die colorimetrische Bestimmung von Hexacyanoferrat(III)-ion berichten F. Buscarós und J. Artigas[1]. *o-Dianisidin* ergibt in saurer Lösung mit Hexacyanoferrat(III)-ion eine rote Färbung, deren Absorption bei 470 mμ gemessen werden kann. — *Qualitativer Nachweis.* 1 Tr. der zu prüfenden Lösung wird auf Filtrierpapier mit 1 Tr. 2 n Schwefelsäure, 1 Tr. 2 n Zinksulfatlösung und 1 Tr. o-Dianisidinlösung (0,5 g + 50 ml Aceton + Wasser bis 100 ml) versetzt. Bei Anwesenheit von Hexacyanoferrat(III) tritt eine Rotfärbung auf. $D = 10^{-5,7}$ (Bei Ausführung im Reagensglas wird eine Empfindlichkeit von $D = 10^{-6,3}$ erreicht.) — *Quantitative Bestimmung.* Die zu untersuchende Lösung wird nacheinander mit 2 ml 2 n Schwefelsäure, 2 ml 2 n Zinksulfatlösung und 2 ml Reagenslösung versetzt. Das Volumen wird mit Wasser auf 25 ml aufgefüllt und zwischen 5 und 25 min nach dem Reagenszusatz wird die Absorption bei 470 mμ im Spektralphotometer oder geeigneten Colorimeter gemessen. Nach diesem Verfahren lassen sich 0,5 bis 2,5 ppm Hexacyanoferrat(III) bestimmen. $Fe(CN)_6^{4-}$, J^-, CN^-, SCN^-, Cl^-, und Br^--Ionen stören nicht, während Oxydationsmittel die Bestimmung beeinflussen.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 434—437 (1958). Univ. Barcelona (Spanien).
H. Zimmer

Zur photometrischen Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) neben größeren Mengen Hexacyanoferrat(II) eignen sich nach N. S. Frumina[1] die empfindlichen Farbreaktionen mit *o-Nitrophenylanthranilsäure* (A) (Empfindlichkeit 1,0 μg/ml) oder *Diphenyltolidin-o,o'-dicarbonsäure* (B) (Empfindlichkeit 0,5 μg/ml). Die mit $[Fe(CN)_6]^{3-}$ in alkalischer Lösung entstehenden braungelben bzw. rotbraunen Färbungen besitzen bei 470 mμ ein scharfes Absorptionsmaximum; das Lambert-Beersche Gesetz ist im Bereich 10—100 μg/5 ml erfüllt (A). — *Arbeitsweise.* 0,1—1 ml der Probelösung, die nicht mehr als 100 μg/ml $[Fe(CN)_6]^{3-}$ enthalten soll, wird mit 0,2 ml 0,1%iger Lösung von A oder B in 0,1 n Natriumcarbonatlösung versetzt. Nach dem Durchmischen füllt man mit 0,05 n Natron- oder Kalilauge auf 5 ml auf, läßt 5 min zur Farbentwicklung stehen und photometriert dann bei 470 mμ in einer 5 mm-Küvette gegen Wasser. Eine Eichkurve wird mit reinem umkristallisierten $K_3[Fe(CN)_6]$ aufgenommen. — *Herstellung der Reagentien.* A wird nach Ullmann[2] hergestellt, die Synthese von B wird folgendermaßen beschrieben: Ein Gemisch aus 3 g o-Chlorbenzoesäure, 2 g o-Tolidin, 2,7 g Kaliumcarbonat und 20 ml Isoamylalkohol wird 2 Std mit etwas Naturkupfer S gekocht. Den Überschuß an Isoamylalkohol entfernt man durch Wasserdampfdestillation, fällt dann das Reaktionsprodukt mit 1 : 1 verd. Salzsäure, saugt ab und trocknet bei 110° C. Man erhält 2,75 g Rohprodukt, das man durch Lösen in 0,1 n Sodalösung und Wiederausfällen mit verd. Salzsäure reinigt. Die reine Säure ist ein dunkelgrünes Pulver mit FP $\sim$ 300° C.

[1] Ž. anal. Chim. **13**, 586—589 (1958) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatl. Univ. Saratov. — [2] Ullmann, F.: Liebigs Ann. Chem. **355**, 312 (1907).

K. Hertzog

Kobalt, Nickel, Kalium. *Carboxy-2-isonitrosoacetanilid* eignet sich nach F. Buscarons und L. M. Munné[1] sowohl zum *Nachweis* als auch zur *colorimetrischen Bestimmung von Kobalt.* Die alkoholische Lösung gibt mit einer ammoniakalischen Kobalt(II)-salzlösung eine weinrote Färbung, wodurch sich Co noch bei einer Verdünnung von $1:10^6$ nachweisen läßt. Nickel, welches die gleiche Färbung liefert, kann durch Cyanid maskiert werden. Ebenso lassen sich Fe^{2+} und Cu, die auch gefärbte, aber weniger beständige Komplexe bilden, damit tarnen. Eisen kann auch als Hydroxyd aus der ammoniakalischen Lösung abfiltriert werden. — *Ausführung.* Zur *colorimetrischen Bestimmung* versetzt man die Probelösung mit 3 ml einer 1%igen alkoholischen Lösung von Carboxy-2-isonitrosoacetanilid (1 g in 100 ml Alkohol) und 0,25 ml 2 n Ammoniak und verdünnt im Meßkolben auf 25 ml. Die Extinktion wird nach 20 min bei 430 mμ gemessen. Das Beersche Gesetz gilt bis herab zu 1,2 μg Co/ml. — Beim *qualitativen Nachweis* versetzt man die Probelösung mit 0,5 ml Reagenslösung und 5 Tr. 2 n Ammoniak.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 432—434 (1958). Univ. Barcelona (Spanien).

G. Denk

Die elektrolytischen Abscheidungsmethoden für Kobalt haben D. Salyer und T. R. Sweet[1] mit Hilfe von Kobalt-60 in Hinblick auf die Güte der einzelnen Methoden untersucht. Es wurden 10 verschiedene Versuchsreihen bei Abscheidung an der Kathode aus sauren, ammoniakalischen und gepufferten Lösungen angestellt. Nach Beendigung der Elektrolyse wurde jeweils die in der Lösung zurückbleibende Menge an Kobalt radiochemisch ermittelt. Bei den einzelnen Abscheidungsmethoden variierten diese zurückbleibenden Kobaltmengen zwischen 0,01 und 4 mg in 100 ml. Die Untersuchungen ergaben weiterhin, daß der Hauptteil des nicht abgeschiedenen Kobalts beim Waschen der Elektroden in die Lösung zurückkommt. Die Verff. haben deshalb eine besondere Methode des Waschens der Kathode (allmähliches Ersetzen des Elektrolyten durch dest. Wasser während gleichzeitig die Stromstärke

langsam auf 0 gesenkt wird) mit gutem Erfolg verwenden können. Zu den besten Abscheidungsmethoden sind nach den Versuchen der Verff. die Methoden von F. M. Perkins und W. E. Hughes[2] (30 min lange Elektrolyse bei 0,5—2 Amp/cm² und 4.2 8 Volt; Elektrolyt: 2 ml 5%ige Phosphorsäure, 25 ml 10%ige NaH_2PO_4-Lösung, 0,1 g $NH_2OH \cdot H_2SO_4$, mit Ammoniak auf p_H 4 gebracht in 100 ml) sowie von M. M. Fine[3] (1 Std lange Elektrolyse bei 0,5—0,8 Amp/cm² und 4 Volt; Elektrolyt: 35 ml Ammoniak, 20 g Ammoniumsulfat und 2,5 g Ammoniumhydrogenfluorid in 100 ml). Die Genauigkeit dieser Bestimmungen liegt bei $\pm$ 1% und besser.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1632—1635 (1958). State Univ. Columbus, Ohio (USA). — [2] Chem. News **101**, 52 (1910). — [3] U.S. Bur. Mines, Rept. Invest. **3370**, 59 (1938).

Klaus Brodersen

Die Mitfällung von Kobalt(II) bei der Ausfällung von Zinksulfid hängt nach Untersuchungen von H. Hamaguchi und T. Kawashima[1] in erster Linie von der Einleitungsgeschwindigkeit des Schwefelwasserstoffs ab. So wird aus einer Lösung mit dem p_H-Wert 2.5 bei raschem Einleiten ein Niederschlag erhalten, der zu rund 20% aus Kobalt besteht, während bei extrem langsamer Fällung nur 0,5% Co aufgenommen werden. Bei p_H 3 steigt dieser Wert bereits auf etwa 7% an. Für eine Trennung Kobalt-Zink ist es daher erforderlich, bei p_H 2—2,5 langsam H_2S einzuleiten. Thioacetamid kann zur Fällung nicht verwendet werden. — Die Untersuchungen sind mit dem radioaktiven Isotop ^{60}Co durchgeführt worden.

[1] Jap. Analyst **7**, 627—630 (1958) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Univ. Educat., Tokyo (Japan).

G. Denk

Colorimetrische und polarograqhische Methoden zur Kobalt- und Kaliumbestimmung. R. Ralea und F. Modreanu[1] bestimmen Kobalt *colorimetrisch* in folgender Weise: Die Probe mit 0,2—1,36 mg Kobalt wird mit etwas Wasser verdünnt (20—30 ml), mit 5 ml gesättigter Natriumsulfosalicylatlösung versetzt, dann wird mit 10—20 Körnern Natriumperoxyd oxydiert. Schließlich werden 0,1—0,2 g Natriumsulfit zugefügt, und es wird auf 50 ml aufgefüllt. Diese Lösung wird mit Blaufilter colorimetriert. Mengen bis zu 10 mg Ni oder Zn oder 2 mg Cd beeinflussen die an die Eichkurve (Gerade) angeschlossene Auswertung nicht. — Die Analyse läßt sich auch *polarographisch* ausführen, wenn mit 4 ml gesättigte Sulfosalicylatlösung und 1,5 ml 2 m Natriumacetatlösung in 10 ml als Grundlösung gearbeitet wird (4.5—9,1 mg-% Co). Hier ist auch der Einfluß von Fe, Cu und Mn neben dem von Ni, Zn und Cd erörtert. Nach der gleichen Methode wird auch eine indirekte *Bestimmung von Kalium* nach Fällen mit dem Reagens nach B. Kramer und F. F. Tisdall[2] beschrieben (0,2 -1,0 mg K/25 ml). Die Fällung wird in konz. Salzsäure aufgenommen, zur Trockne eingedampft, dann wird die Kobaltanalyse colorimetrisch oder polarographisch ausgeführt. Als Grundlösung zur Polarographie ist dann am besten eine Mischung aus 4 ml gesättigter Sulfosalicylatlösung mit 2 ml 1 n Natriumsulfitlösung je 10 ml geeignet.

[1] Studii Cercetări ştiinţ. (Jaşi), Chim. **8**, 231—246 (1957) [Rumänisch]. (Mit franz. Zus.fass.) Acad. Republ. Populare Romine, Inst. „Petru Poni", Jaşi (Rumänien). — [2] J. biol. Chemistry **40**, 339 (1921); vgl. auch diese Z. **74**, 157 (1928).

K. Cruse

Zur colorimetrischen Bestimmung von Nickel und Kobalt eignet sich nach S. K. Siddhanta und S. N. Banerjee[1] *S-Methylthioharnstoff*. Aus sehr verdünnten Lösungen der Metalle fällt das Reagens in alkalischem Medium kolloidale, gefärbte Mercaptide aus. — *Arbeitsweise.* 5 ml Probelösung, enthaltend 0,5—7,0 µg Co/ml bzw. 1,0—7,0 µg Ni/ml, werden mit 2 ml Reagenslösung (0,01422 g/ml) versetzt und mit etwa 3 ml 0,15 n Ammoniak zur Kobaltbestimmung auf p_H 9.14—9,51, zur

Nickelbestimmung auf p_H 9,20 gebracht und mit Wasser auf 20 ml aufgefüllt. Zur Kobaltbestimmung läßt man die Lösung 2 Std, zur Nickelbestimmung 1 Std altern und mißt dann Kobalt bei 495 mμ und bei 495—510 mμ das Nickel. Die Erfassungsgrenze liegt bei 0,1 μg/ml (Co) bzw. 0,45 μg/ml (Ni).

[1] J. Indian chem. Soc. **35**, 547—552 (1958). Indian Inst. Technology, Kharagpur (Indien). R. Fresenius

Die Trennung von Kobalt und Nickel gelingt J. H. W. Forsythe, R. J. Magee und C. L. Wilson[1] über die Bildung der Komplexe $CoPy_4(SCN)_2$ und $NiPy_4(SCN)_2$ durch Fällung bei verschiedenem p_H-Wert und anschließender Extraktion der Niederschläge mit organischen Lösungsmitteln. — *Arbeitsweise. Nickelbestimmung.* Zu 20 ml Analysenlösung mit nicht weniger als 50 μg Co und 100 μg Ni fügt man 0,5 ml 40%ige wäßrige Kaliumthiocyanatlösung. Der p_H-Wert wird mit Salzsäure auf 2,5—3,0 eingestellt. Durch langsame Zugabe von Pyridin stellt man auf p_H 4,6 ein, woraufhin der Nickelkomplex ausfällt. Der Niederschlag wird 2mal mit 10 ml-Portionen Chloroform extrahiert und das Volumen mit Chloroform auf 25 ml gebracht. Der Extrakt wird in die Küvette des Spektralphotometers filtriert und die optische Dichte gegen reines Chloroform bei 320 mμ gemessen. Den Nickelgehalt ermittelt man aus einer zuvor aufgestellten Eichkurve. — *Kobaltbestimmung.* Die von Nickel befreite Phase wird mit Salzsäure auf p_H 2,5—3,0 gebracht und Pyridin langsam bis p_H 5,6 zugefügt, worauf der Kobaltkomplex ausfällt. Der Niederschlag wird mit zwei 10 ml-Portionen Hexon (Methylisobutylketon) extrahiert, auf 25 ml gebracht, in die Küvette des Photometers filtriert und die optische Dichte gegen reines *Hexon* bei 620 mμ gemessen. Den Kobaltgehalt ermittelt man aus einer zuvor aufgestellten Eichkurve.

[1] Talanta (London) **1**, 249—251 (1958). Queens Univ., Belfast (Nordirland). R. Fresenius

Über Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagens auf Kobalt, Nickel, Palladium und Ruthenium berichten J. Xavier und P. Rây[1]. Die Reagentien werden durch Umsatz von Rubeansäure mit den entsprechenden Aminen in Alkohol synthetisiert. — Zum *qualitativen Nachweis im Tüpfeltest* wird 1 Tr. der Probelösung mit 1 Tr. sehr verdünnter Ammoniaklösung versetzt. Daneben wird 1 Tr. 0,1%ige alkoholische Reagenslösung gesetzt. Es treten folgende Niederschläge auf: Co: gelbbraun; Ni: rosa; Pd: gelbe Färbung (ohne Ammoniakzusatz) und Cu hellgrüne Fällung. Die Empfindlichkeitsgrenzen betragen: Ni 0,04 μg, Co 0,025 μg, Pd 0,067 μg und Cu 0,18 μg. — *Bestimmung von Kobalt.* Die neutrale Lösung mit weniger als 0,1 mg Kobalt wird mit 1 ml 1%iger Na-Acetatlösung und 5 ml Pyridin versetzt. Nach dem Zusatz von 10—15 ml Wasser sowie 2 ml Reagenslösung wird das Volumen auf 25 ml aufgefüllt und nach 30—45 min die Absorption bei 395 mμ gegen einen Blindansatz gemessen. — *Bestimmung von Nickel*: Zur neutralen Probelösung werden 10 ml Wasser und 5 ml Pyridin zugesetzt. 2 ml Reagenslösung (Dimethylrubeansäure) bzw. 1 ml (Diäthylrubeansäure) werden zugegeben und die Absorption nach 10 min bei 480 mμ (Dimethylrubeansäure) bzw. nach 30 min bei 490 mμ (Diäthylrubeansäure) gegen einen Blindansatz gemessen. — Zur *Palladiumbestimmung* verfährt man wie bei der Nickelbestimmung. Es wird jedoch nur 1 ml Reagenslösung zugesetzt und Absorption bei 395 mμ gemessen. — *Ruthenium* reagiert in Gegenwart von Salzsäure mit Dimethyl- bzw. Diäthylrubeansäure unter Entwicklung einer Blaufärbung. 2,5 ml eines Salzsäure-Äthanolgemisches (1 + 1) sowie 1 ml Reagenslösung werden zu der zu prüfenden Lösung gegeben. Die Absorption wird bei 625 mμ gemessen. Bei Rutheniumgehalten über 5 ppm werden 2,5 ml Reagenslösung zugesetzt. Die Verfahren werden durch diverse Fremdionen gestört. — *Reagenslösung.* Eine 0,1%ige alkoholische Lösung

der Säuren wird mit gleichen Volumenteilen 0,25 n Natronlauge gemischt. Zur Rutheniumbestimmung wird nur die alkoholische Lösung verwandt.

[1] J. Indian chem. Soc. **35**, 589—594 (1958). Indian Assoc. Cultivation Sci. Calcutta (Indien). H. Zimmer

Osmium gibt mit 1,2,3-*Benztriazol* im sauren Medium (p_H-Bereich 4,0—2,3) eine beigefarbene Fällung von $Os(OH)_3(C_6H_4NHN_2)_3$, die nach R. F. Wilson und L. J. Baye[1] eine rasche und direkte quantitative Bestimmung des Elements ermöglicht. — *Ausführung.* 10 ml der zu untersuchenden Osmiumlösung werden zu 1 ml Äthanol gegeben. Dazu fügt man 25 ml 2%ige wäßrige Benztriazollösung. Die entstehende rote Lösung wird 15 min auf dem Wasserbad erhitzt und dann mit Essigsäure rasch der p_H-Wert 3,0 eingestellt. Man läßt den Niederschlag absitzen und filtriert nach 15 min durch einen Glasfiltertiegel mittlerer Porenweite. Er wird mehrmals mit heißem Wasser gewaschen und 1 Std bei 110° C getrocknet (Trockentemperaturen bis 200° C sind ohne Einfluß auf die Ergebnisse). Der gravimetrische Faktor beträgt 0,3178. — Die Methode eignet sich vor allem für die Osmiumbestimmung nach seiner Abtrennung als Tetroxyd aus salpetersaurer Lösung und Auffangen in 0,1 m Natronlauge[2]. Die Resultate sind genau und gut reproduzierbar. Der Zeitbedarf für eine Bestimmung beträgt weniger als 2 Std (die Thionalid-Methode erfordert etwa 15 Std)[3].

[1] Talanta (London) **1**, 351—354 (1958). Univ. Houston, Tex. (USA). — [2] Westland, A. D., u. F. E. Beamish: Analyt. Chemistry **26**, 739 (1954); vgl. diese Z. **151**, 291 (1956). — [3] Wagner, W., C. J. Hull u. G. E. Markle: Advanced Analytical Chemistry, Reinhold, New York, 1956. E. Bankmann

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über die Anwendung der Radioindicatorenmethode in der organischen Analyse gibt P. Daudel[1] einen zusammenfassenden Bericht an Hand von Beispielen der Literatur. Behandelt werden die Aktivierungsanalyse, die Fixierungsanalyse, die Isotopenverdünnungsanalyse und die Kombination dieser Methoden.

[1] Chim. analytique **40**, 325—331 (1958). R. Fresenius

Die Mikrobestimmung einiger Atomgruppen behandeln H. Roth und P. Schuster[1]. *1. Carbonsäureanhydrid- und Lactongruppe.* Hierzu wird die Probe mit überschüssiger Lauge verseift und der Überschuß zurücktitriert. Säureanhydride können auch mit überschüssigem 2,4-Dichloranilin zum Anilid umgesetzt werden, wobei 1 Mol freie Säure entsteht, die acidimetrisch erfaßt wird. Es ist jedoch auch möglich, unverbrauchtes Dichloranilin bromometrisch zu bestimmen. *2. Mercaptogruppe.* Diese wird mit Kupfer(II)-butyl- oder -octylphthalatlösung direkt titriert. Man kann auch einen Überschuß an Kupfersalz hinzugeben, wobei Kupfer(I)-mercaptid und das entsprechende Disulfid entstehen. Der Überschuß an Kupfer(II)-ionen wird jodometrisch erfaßt. *3. Disulfide und Dialkylsulfide (Thioäther).* Hierzu wird die Probe mit überschüssigem Brom zum Sulfon oxydiert und der Überschuß an Brom jodometrisch zurücktitriert. Disulfide benötigen 10, Thioäther 4 Atome Brom. *4. Isocyanat bzw. Isothiocyanat.* Diese werden mit n-Dibutylamin zum substituierten Harnstoff umgesetzt. Die Kondensation tritt bei Raumtemperatur innerhalb kurzer Zeit ein. Der Überschuß an Amin wird in methanolischer Lösung mit gestellter Säure zurückgemessen. — *Ausführung. Bestimmung von Carbonsäureanhydriden und Lactonen. a) Verseifung.* 5 mg Probe werden in einem Quarzkolben

mit Schliff, auf den, falls erforderlich, ein Kühler aufgesetzt wird, in säurefreiem Methanol oder Äthanol gelöst und mit einem 50—80%igen Überschuß an 0,01 n Natronlauge zum Sieden erhitzt. Man titriert mit 0,01 n Säure (Indicator: Phenolphthalein) zurück. Bei der Kontrollbestimmung erhitzt man 10 min. *b) Reaktion mit 2,4-Dichloranilin.* 5—8 mg Probe werden in einem Reagensglas mit 2 ml Eisessig und 2,0 ml 2,4-Dichloranilin-Standardlösung (1 g in 100 ml Eisessig) versetzt. Man läßt das Reaktionsgemisch 2 Std verschlossen stehen, spült dann die Lösung mit 16 ml Eisessig in einen Titrierkolben mit Schliff (250 ml), fügt 20 ml Wasser, 5 ml 2 n Salzsäure und genau 15,0 ml 0,02 n Bromat-Bromidlösung hinzu, läßt 5 min stehen und titriert nach Zugabe von Jodid und Stärke mit 0,02 n Thiosulfatlösung zu Ende. *Mercaptogruppe.* Zur Herstellung von Kupfer(II)-butylphthalat erhitzt man in einem 500 ml-Erlenmeyer-Kolben unter Rühren 50 ml Butanol und 74 g Phthalsäureanhydrid auf 105° C. Man rührt weiter, bis das Gemisch klar wird. Nach dem Abkühlen gießt man das Reaktionsgemisch in eine Lösung von 20 g NaOH in 1500 ml Wasser, säuert mit Essigsäure an und gießt unter Rühren eine filtrierte Lösung von 65 g $CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$ in 500 ml Wasser ein. Das ausgefallene Kupferbutylphthalat wird in einem Büchnertrichter gesammelt, mit Wasser gewaschen und an der Luft sowie im Vakuum getrocknet. Zur Herstellung der Reagenslösung löst man 5,1 g des obigen Präparats in 50 ml Eisessig und verdünnt mit Pentasol, Butanol oder einem Kohlenwasserstoff auf 1 l. Zur Bestimmung von Mercaptogruppen versetzt man 5—10 mg Probe in einem Schliff-Erlenmeyerkolben mit 20 ml Reagens, gibt nach 5 min 1 ml 1%ige Stärkelösung und 100 mg Kaliumjodid hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit 0,01 n Thiosulfatlösung. *Bestimmung von Disulfiden und Thioäthern.* 5—8 g Probe werden in einen Erlenmeyer-Kolben mit Schliff eingewogen, mit 20 ml Eisessig, 15 ml Wasser, 5 ml 2 n Salzsäure und 20,0 ml 0,02 n Bromat-Bromidlösung versetzt und nach 5 min nach Zugabe von Kaliumjodid gegen Stärke als Indicator zurücktitriert. *Bestimmung von Isocyanat und Isothiocyanat.* 5—10 mg Probe werden in einem Erlenmeyer-Kolben mit Schliffstopfen (250 ml) in 4 ml Chlorbenzol gelöst, mit 2,0 ml Dibutylaminlösung (2,0 ml Dibutylamin + 98 ml Chlorbenzol) versetzt und nach einigen Minuten vorsichtig umgeschwenkt. Dann gibt man 3 Tr. Bromphenolblauindicator (0,1%ige methanolische Lösung) hinzu und titriert die blaue Lösung mit 0,02 n Salzsäure. Der Endpunkt ist erreicht, wenn die Lösung noch schwach hellgrün gefärbt ist. In einem Leerversuch bestimmt man die von der gleichen Menge Dibutylamin benötigte Menge an 0,02 n Salzsäure. Die Differenz entspricht der Menge Isocyanat bzw. Isothiocyanat.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 766—777. Badische Anilin & Sodafabrik A. G., Ludwigshafen/Rhein. G. Kainz

Zur maßanalytischen Bestimmung von ungesättigten Verbindungen mittels katalytischer Hydrierung empfiehlt W. Seaman[1] Reaktion mit Standard-Lithium-Aluminiumhydridlösung, Umsetzung des restlichen Wasserstoffes mit überschüssigem Sauerstoff und anschließend Bestimmung des hierbei gebildeten Wassers mit Karl-Fischer-Lösung. — *Arbeitsweise.* Die Probeneinwaage ist so zu bemessen, daß nach Hydrierung mit 0,25 ml Lithium-Aluminiumhydridlösung (s. unten) etwa 10 ml überschüssiger Wasserstoff verbleiben. Die Probe wird in eine enghalsige Serumflasche (Fisher Scientific Co., Nr. 3-220) eingewogen, welche mit 5 ml wasserfreiem Methanol beschickt ist, und 10 mg Platinoxydkatalysator sowie ein dünnwandiges Glaskügelchen mit einem ausgezogenen Glasröhrchen (6 cm lang, 4 mm ⌀) zugegeben. Das Kölbchen wird mit einem Spezialgummistopfen (Fisher Scientific Co., Nr. 14-126) verschlossen, mit Hilfe einer Hypodermic-Nadel evakuiert und anschließend mit Stickstoff gefüllt. Man wiederholt das Evakuieren und spritzt

durch den Gummistopfen mit einer Mikrospritze genau 0,25 ml Lithium-Aluminiumhydridlösung (s. unten) in das Glaskügelchen. Durch kräftiges Schütteln zersplittert man das Kügelchen und beläßt zur Hydrierung etwa 10 min unter Schütteln in einem warmen Wasserbad. Bei Zimmertemperatur werden anschließend 2—3 mal je 10 ml Sauerstoff eingespritzt, wobei nach jeder Zugabe in warmem Wasser geschüttelt wird. Nach der letzten Sauerstoffzugabe muß ein deutlicher Überdruck im Reaktionsgefäß vorhanden sein. Durch den Gummistopfen wird anschließend aus einer graduierten 10 ml-Spritze mit eingestellter Karl-Fischer-Lösung (1 ml ~ 3—4 mg H_2O) titriert. Der Endpunkt ist bei guter Beleuchtung und einiger Übung trotz des suspendierten Platinkatalysators visuell zu erkennen. — Die Abweichungen nach der angegebenen Methode, welche hauptsächlich für Strukturaufklärungen geeignet ist, betragen 3—13%. Eine Verbesserung der Methode bezüglich Genauigkeit und Anwendungsbereich dürfte noch möglich sein. — *Lithium-Aluminiumhydridlösung.* In einer Enghalsflasche gibt man zu 100 ml wasserfreiem Di-n-butyläther unter Überleiten von getrocknetem Stickstoff 5—6 g Lithium-Aluminiumhydrid und läßt nach vorsichtigem Schütteln einige Stunden verschlossen stehen; nach Durchsaugen im Stickstoffstrom durch einen Glasfiltertiegel wird das Filtrat unter Stickstoff aufbewahrt.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1840—1842 (1958). American Cyanamid Co., Bound Brook, N. J. (USA). H. Garschagen

Gaschromatographische Untersuchungen aromatischer Amino- und Nitroverbindungen haben J. H. Jones, C. D. Ritchie und K. S. Heine jr.[1] ausgeführt. Die auf eine Säulentemperatur von 200° C und auf eine Fließgeschwindigkeit von 20 ml/min normierten Retentionszeiten der von den C_7-, C_8-, C_9- und Tetramethylbenzol abzuleitenden Amine und Nitroverbindungen werden mitgeteilt. Ebenso sind Ergebnisse quantitativer Analysen von Aminmischungen angegeben. — Als Gaschromatograph diente ein selbstgebautes Gerät, das mit einem Gow-Mac-Wärmeleitfähigkeitsempfänger Modell NRL in Verbindung mit Varian Recorder Modell G-10 (0—10 mV) ausgerüstet war. Die Trennsäule war etwa 2,40 m lang. Sie war mit 20 g Firebrick C-22 (30—60 mesh) gefüllt, das mit 8 g DC 710 Siliconöl als stationäre Phase imprägniert war. Der Probeneinlaßblock wurde auf etwa 260° C geheizt. Die Probengröße betrug 0,005—0,025 ml. Bei quantitativen Analysen wurde die Fläche der Zone entweder mit Hilfe eines Integrators (Instron Automatic Integrator Model A-30) oder über das Produkt Höhe mal Halbwertsbreite ermittelt. — Mit Apiezon M als stationärer Phase konnten auch gute Trenneffekte erzielt werden, die Säule wurde jedoch leicht „überladen".

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **41**, 749—752 (1958). Food a. Drug Admin., Washington D. C. (USA). D. Jentzsch

Papierchromatographie organischer Peroxyde. A. Rieche und M. Schulz[1] berichten über die vorteilhafte Anwendung der Papierchromatographie auf partiell acetyliertem Papier zur *Trennung organischer Peroxydgemische*, insbesondere von *isomeren Hydroperoxyden* und *Peroxyden*. Beispiele zeigen, daß so die bei der Autoxydation entstehenden Komponenten leicht identifiziert werden können. Von 12 organischen Peroxyden werden die R_f-Werte mitgeteilt. Die bei der Autoxydation des 1,2-Dimethylcyclohexans auftretenden zwei Hydroperoxydisomeren sind getrennt worden. Die beiden Hauptkomponenten eines technischen Anonperoxyd-Gemisches werden ebenfalls getrennt und die entsprechenden R_f-Werte durch Vergleichsaufnahmen zugeordnet. Ergebnisse der Untersuchungen an Autoxydationsprodukten von Phthalanen und von Tetrahydrofuran werden mitgeteilt. — *Arbeitsweise.* Es wurde partiell acetyliertes Filterpapier (Nr. 2043b, acetyliert, Fa. Schl. & Sch.) verwendet und aufsteigend bei Zimmertemperatur chromatographiert. Das

benutzte Lösungsmittelgemisch setzte sich aus Essigester, Dioxan und Wasser (2,0:4,5:4,6) zusammen. Zum Sichtbarmachen der Flecken diente eine Lösung von o-Aminodimethylanilin-hydrochlorid (a) in Methanol (b) (25 ml b, 25 ml Wasser, 1 ml Eisessig und 1,5 g a). Für Routineuntersuchungen genügte trotz der geringeren Empfindlichkeit eine schwach saure 3%ige Lösung von Kaliumjodid in 50%igem Methanol. *Dialkyl-* und *Diacylperoxyde* wurden zum besseren Nachweis vorher einer Hydrolyse durch Besprühen mit konz. Salzsäure unterworfen. Nach dem Aufbewahren im Trockenschrank bei etwa 50° C wurden auch diese Flecken sichtbar. Die Peroxyde wurden in einem organischen Lösungsmittel gelöst und dann auf die Startlinie aufgetragen. Als Bezugssubstanz diente Wasserstoffperoxyd. Die untere Erfassungsgrenze ist mit 5—10 μg angegeben worden.

[1] Angew. Chem. **70**, 694—696 (1958). Inst. Organ. Chem., Akad. Wiss. Berlin-Adlershof. D. JENTZSCH

Zum Nachweis quaternärer Ammoniumverbindungen stellt M. PESEZ[1] ein Reagenspapier her, indem man Filterstreifen mit einer 0,3%igen Methylenblaulösung tränkt, an der Luft trocknet und dann 1 Std in eine Lösung taucht, die 20% Quecksilberjodid in 10%iger Kaliumjodidlösung enthält. Dann werden die Streifen mit Wasser gut ausgewaschen, getrocknet und im Dunkeln aufbewahrt. Das Papier gibt keine Farbe an gepufferte Lösungen (p_H 8) ab, aber bei Zusatz von Alkyldimethylbenzylammonium entwickelt sich in der wäßrigen Phase eine blaue Farbe, die gestattet noch 10 μg in 5 ml zu erkennen. Primäre, sekundäre und tertiäre Amine, Cholin und Trimethylphenylammonium geben die Reaktion nicht.

[1] Ann. pharmac. franç. **16**, 441 (1958). Services Rech. Roussel-Uclaf, Paris-Romainville (Frankreich). B. ROSSMANN

Silanol, das bei der Hydrolyse von *Alkoxysilanen* entsteht, wird nach F. O. GUENTHER[1] vorteilhaft mit Grignardreagens bestimmt. Lithium-Aluminiumhydrid ist hierfür nicht verwendbar, da anwesende Siloxane zu Silanen gespalten werden, die einen niederen Dampfdruck besitzen und die gasvolumetrische Bestimmung stören. Die hierzu nötige Apparatur ist nach den Angaben von W. FUCHS, N. H. ISHLER und A. G. SANDHOFF[2] angefertigt. Die Bestimmung wird in Methanatmosphäre durchgeführt, da sich Methan, wie der Verf. beobachtet hat, im verwendeten Lösungsmittel etwas löst und dadurch schwankende Werte verursacht. Weiter zeigt sich, daß die Konzentration an Grignardreagens 2 n sein soll. — *Arbeitsweise.* Die Apparatur wird mit Methan, das mit Dibutyläther dampf gesättigt ist, ausgespült. Dann gibt man mit einer Schliffpipette 5 ml 2 n Grignardreagens (in Butyläther) in das Reaktionsgefäß und anschließend 4 ml der in Butyläther gelösten Probe. Die Konzentration der Probe soll so sein, daß 20—25 ml Methan entwickelt werden. Man liest die entstehende Volumensänderung ab und berechnet daraus den Gehalt der Probe an aktivem Wasserstoff.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1118—1120 (1958). General Electric Res. Lab., The Knolls, Schenectady, N.Y. (USA). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **12**, 507 (1940); vgl. diese Z. **128**, 92 (1948). G. KAINZ

Über die papierchromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von aromatischen Carbonylverbindungen berichten E. SUNDT und M. WINTER[1]. Es wird ein absteigendes Verfahren entwickelt, bei dem unter Verwendung von mit N,N-Dimethylformamid imprägniertem Whatman-Papier Nr. 7 und einem Gemisch Cyclohexan-Cyclohexen (5 : 3 V/V) als Fließmittel teilweise eine gute Trennung (Tab. 1) erreicht wird. Unter gleichen Bedingungen lassen sich aliphatische Carbonylverbindungen chromatographieren, jedoch ist in diesem Fall als Fließmittel das von L. HORNER und W. KIRMSE[2] vorgeschlagene Decalin vorzuziehen. —

Arbeitsweise. Papierstreifen (19×54 cm) werden in N,N-Dimethylformamid (50%ig in Aceton) eingetaucht, schwach mit Filterpapier abgepreßt und kurze Zeit zur Verflüchtigung des Acetons an der Luft hängen gelassen. Auf eine Startlinie (12 cm vom Rand) werden 5 – 20 µl frisch angesetzte acetonische 2,4-Dinitrophenylhydrazonlösung (1 mg/1 ml) der entsprechenden Carbonylverbindungen aufgegeben und etwa 12 Std equilibriert. Um reproduzierbare Ergebnisse zu erhalten, ist es unerläßlich, die Kammeratmosphäre sorgfältig mit stationärer und mobiler Phase zu sättigen. Um dies zu erreichen, werden die Seitenwände des Chromatographiertroges (Länge 40, Seite 30, Höhe 55 cm) mit Filterpapier ausgeschlagen, welches

Tabelle. *R_f-Werte der 2,4-Dinitrophenylhydrazone einiger aromatischer Carbonylverbindungen*

Verbindung	R_f-Wert	Färbung mit 10% NaOH
Acetovanillin	0.05	dunkelbraun
p-Hydroxybenzaldehyd	0.05	braun
p-Hydroxyacetophenon	0.07	braun
Salicylaldehyd	0.15	dunkelbraunviolett
Acetoveratron	0.18	gelbbraun
Anisaldehyd	0.23	braun
Zimtaldehyd	0.34	hellbraun
Benzaldehyd	0.35	hellbraun
Acetophenon	0.42	gelb
p-Methylphenoxyacetaldehyd	0.43	hellbraun
p-Propioanisolaldehyd	0.45	orangehellbraun
3-Phenylpropionaldehyd	0.47	braun
1-Phenyl-butan-3-on	0.54	gelb
Cuminaldehyd	0.64	gelb
Menthon	0.84	gelb
2,4-Dinitrophenylhydrazin	0.05, 0.32, 0.71	

teilweise in Kristallisierschalen eintaucht, die mit Cyclohexan/Cyclohexen (vorher mit Dimethylformamid gesättigt) beschickt sind. Die Rückwand des Troges ist ebenfalls mit Filterpapier verkleidet, welches in Dimethylformamid (gesättigt mit mobiler Phase) eintaucht. Außerdem befinden sich am Boden 2 Schalen mit Dimethylformamid (gesättigt mit Fließmittel). Nach 24 Std ist die Kammer gebrauchsfertig; es wird 3,5—4 Std absteigend chromatographiert, wobei die Front etwa 35 cm wandert. Die Chromatogramme werden bei 50° C getrocknet und die schon sichtbaren gelben Flecken durch Besprühen mit 10%iger Natronlauge je nach Art der Verbindung in gelb, braun, rot oder blau gefärbte Flecken (vgl. Tabelle) übergeführt. Bei Betrachtung im UV-Licht (3655 Å) lassen sich noch 0,1 µg Carbonylverbindung erkennen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1620—1622 (1958). Firmenich & Cie., Genf (Schweiz). — [2] Liebigs Ann. Chem. **597**, 50 (1955). H. Garschagen

Eine Methode zur potentiometrischen Titration der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyden und Ketonen mit verdünnten, nicht wäßrigen Lösungen von *Tetrabutylammoniumhydroxyd* geben A. J. Sensabaugh, R. H. Cundiff und P. C. Markunas[1] an. Mit dem vorgeschlagenen Verfahren lassen sich Mengen von 1—2 mg mit einer Genauigkeit von ± 2% bestimmen. — *Arbeitsweise.* Man löst 2—20 mg von dem zu bestimmenden 2,4-Dinitrophenylhydrazon in 50 ml Pyridin und titriert die Lösung potentiometrisch in inerter Atmosphäre mit 0.01 n

oder 0,02 n Tetrabutylammoniumhydroxydlösung. Diese Titrationsflüssigkeit erhält man durch Verdünnen von 100 oder 200 ml 0,1 n Tetrabutylammoniumhydroxydlösung[2] mit Benzol zu 1000 ml. — Die Verff. konnten *Phenylhydrazon-*, *p-Nitrophenylhydrazon-* und *Phenylosazonderivate* bestimmen, ebenso wie auch *2,4-Dinitrophenylhydrazin* und *5,5-Dimethyl-1,3-cyclohexandion (Dimedon)* sowie Derivate dieser Verbindung.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1445 1447 (1958). Reynolds Tobacco Co., Winston-Salem, N. C. (USA). — [2] Cundiff, R. H., u. P. C. Markunas: Analyt. Chemistry **30**, 1450 (1958); vgl. diese Z. **168**, 124 (1959). B. Schühlein

Das Verhalten von Acetalen im Massenspektrometer untersuchte R. B. Le Blanc[1]. Geprüft wurden *Acetal, Dimethylacetal, n-Propylacetal, Dimethoxymethan, Diäthoxymethan, Di-n-propoxymethan, 2,2-Dimethoxypropan, 1,3,3-Trimethoxypropen, Triäthoxymethan, 1,1,1-Trimethoxydäthan. 1,1,1-Trimethoxypropan, 1,1,1-Triäthoxypropan, 1,1,1-Trimethoxy-n-pentan, Allylidendiacetat, Paraldehyd* und *2-Methyl-1,3-dioxolan*. In allen Fällen zeigte sich, daß an blanken Wolfram-Heizdrähten ein Zerfall eintritt, der z. B. beim Acetaldehyd-diäthylacetal zu Äthanol und Vinyläthyläther führt. Wird ein carbonisierter Wolframdraht verwendet, so tritt dieser Zerfall nicht auf. Es wird daher empfohlen, bei der Analyse von Acetalen nur carbonisierte Heizfäden zu verwenden, deren Carbonisierungszustand durch einen Probelauf mit einem Acetal überwacht werden kann.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1797—1799 (1958). The Dow Chemical Co., Freeport, Tex. (USA). J. Rasch

Über die polarographische Bestimmung von Nitrilen berichten M. I. Bobrova und A. N. Matveeva-Kudaševa[1] im Zusammenhang mit früheren Versuchen[2]. Die neuen Untersuchungen beziehen sich auf das *Nitril der Zimtsäure(I), das Nitril der α-Phenylzimtsäure(II), das Dinitril der Fumarsäure(III) sowie das 2,2-Azo-bis-iso-butyronitril(IV)* und auf deren Gemische in Konzentrationen von 1—10 Millimole/l. Als Grundelektrolyt werden wäßrig-alkoholische Lösungen von 0,14 n LiCl (50% bzw. 75% Alkoholgehalt) verwendet, die Empfindlichkeit des Galvanometers beträgt 150 mm/μA, und die Tropfzeit 3 sec. Die Reduktion der Nitrile I, II und IV erfolgt in einer Stufe, nur das Dinitril III wird in 2 Stufen reduziert. Die Halbwellenpotentiale liegen für die erste Stufe bei $-1{,}30$ V, für die zweite bei $-2{,}2$ V. In allen Fällen ist die Stärke des Diffusionsstromes proportional der Konzentration und die Elektrodenvorgänge sind irreversibel. Die Polarogramme von Gemischen haben dieselben Halbwellenpotentiale, wie sie die Einzelbestandteile für die reinen Stoffe ergeben.

[1] Ž. obšč. Chim. **28**, 2929—2932 (1958) [Russisch]. Ing.-ökonom. Inst. Leningrad (UdSSR). — [2] Bobrova, M. I., und A. N. Matveeva: Ž. obšč. Chim. **27**, 1137 (1957). O. Gautsch

Über die Bestimmung organischer Säuren nebeneinander hat E. A. M. F. Dahmen[1] Untersuchungen durchgeführt. Die Titration dieser Säuren gelingt meist besser in wasserfreiem Medium. Die Endpunktsanzeige erfolgt potentiometrisch mit einem Glas-Kalomelelektrodenpaar. Der Titrationsverlauf ist auch vom Lösungsmittel abhängig. So kann z. B. bei der Titration in Pyridin oder in Lösungsmitteln wie Aceton oder Acetonitril, sowie in Lösungsmittelgemischen (Pyridin, Dimethylformamid, Diäthylamin) mit quaternären Ammoniumbasen zwischen *Phenolen und Thiophenolen, Phenolen und aliphatischen Carbonsäuren* und zwischen *Thiophenolen und Mercaptanen* unterschieden werden. Ferner können so die Gemische *Maleinsäure-Fumarsäure, Salicylsäure-Benzoesäure, Phenol-Salicylsäure* und die *Lewis-Säuren* CO_2-CS_2 analysiert werden. Homologe Säuren dagegen müssen

auf anderem Wege getrennt werden. Zum Beispiel lassen sich *Ameisensäure* und *Essigsäure* nach der Methode von A. S. Perlin[2] durch Oxydation mit Bleitetraacetat analysieren. Formaldehyd stört dabei nicht. Die Titration wird unter N_2 oder CO_2 durchgeführt, ebenso wird das Reagens unter einem inerten Gas aufbewahrt. Die beiden Säuren können auch durch azeotrope Destillation mit Chloroform getrennt werden. Für die Analyse von *wenig Essigsäure neben viel Ameisensäure* und auch für die Trennung höherer Homologen eignet sich die Massenspektroskopie. Das Verfahren ist nicht sehr genau, aber dafür rasch durchzuführen. Schließlich kann auch die Gas-flüssig-Chromatographie zur Trennung solcher Gemische herangezogen werden.

[1] Chim. analytique **40**, 378—384, 430—434 (1958). Koninklijke/Shell-Lab., Amsterdam (Niederlande). — [2] Analyt. Chemistry **26**, 1053 (1954); vgl. diese Z. **147**, 206 (1955). G. Denk

Fettsäuren. *Zur papierchromatographischen Analyse von Fettsäuregemischen* geben H. P. Kaufmann und H. Schnurbusch[1] ein quantitatives Trennungsverfahren an. Dabei werden die Fettsäuren auf dem Papier einerseits in Kupferseifen übergeführt, die als Kupferhexacyanoferrat nachgewiesen werden, andererseits werden sie mit Quecksilberacetat umgesetzt und als Quecksilbersulfid bestimmt. Bei ungesättigten Fettsäuren reagieren außerdem die Doppelbindungen mit Quecksilberacetat. Durch Kombination des Kupfer- und Quecksilberverfahrens gelingt die getrennte Bestimmung der „kritischen Partner", d. h. von gesättigten und ungesättigten Fettsäuren mit praktisch gleichen R_f-Werten. — *Arbeitsweise.* Die Chromatogramme werden mit Undecan-Eisessig-Acetonitril[2] entwickelt. Dann wird das Chromatogramm 1 Std bei 120° C im Trockenschrank getrocknet und 1 weitere Stunde in einer 2%igen wäßrigen Quecksilberacetatlösung, die 1% Eisessig enthält, getränkt und anschließend 4 Std in fließendem Wasser gewaschen. Die gewässerten Chromatogramme preßt man mit der Hand einige Sekunden zwischen frischem Filtrierpapier und hängt sie $^1/_2$ Std in ein Gefäß mit 20%iger Salzsäure, durch die gleichzeitig Schwefelwasserstoff geleitet wird. Dann wird wieder 10 min in fließendem Wasser gewaschen und an der Luft getrocknet. Zur quantitativen Auswertung wird die photometrische Analyse nach A. Seher[3] angewandt. Bei der Berechnung muß darauf geachtet werden, daß an die Carboxylgruppen je $^1/_2$ Atom Cu oder Hg angelagert wird, während je Doppelbindung 1 Atom Hg zur Anfärbung zur Verfügung steht. Die Verhältnisse sind in der Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

Säure	Cu-Anfärbung	Hg-Anfärbung	Verhältnis Hg:Cu-Anfärbung
Gesättigte	$^1/_2$	$^1/_2$	1:1
Öl-	$^1/_2$	$1^1/_2$	3:1
Linol-	$^1/_2$	$2^1/_2$	5:1
Linolen-	$^1/_2$	$3^1/_2$	7:1

Aus der planimetrierten Fläche in Quadratmillimetern wird nach der Formel $F \cdot M/1000$ der Flächeninhalt und aus der Gesamtsumme der prozentuale Anteil der einzelnen Fettsäuren errechnet. Um die Werte des Kupferverfahrens mit denen des Quecksilberverfahrens vergleichen zu können, muß man die planimetrierten Flächeninhalte durch $(2\,n + 1)$ dividieren (n = Zahl der Doppelbindungen). Zur Berechnung des Anteiles der gesättigten Säure in einem kritischen Paar dient die Formel y Prozent $= [(2\,n + 1) - x] \cdot 100/2\,n$, wobei x das Verhältnis der Quecksilber- zur Kupferanfärbung ist. Danach berechnen sich für die kritischen Paare Öl-/Palmitinsäure ($n = 1$): Prozent Palmitinsäure $= (3 - x) \cdot 100/2$, Linol-/Myristinsäure ($n = 2$): Prozent Myristinsäure $= (5 - x) \cdot 100/4$, Linolen-/Laurinsäure ($n = 3$): Prozent Laurinsäure $= (7 - x) \cdot 100/6$. Bei unbekannter Zusammensetzung

der Mischung setzt man 10—20% reine Fettsäure zu, die in dem Gemisch nicht vorhanden ist und kein kritisches Paar bildet. Beim Ergebnis muß der Zusatz wieder abgezogen und der Rest auf 100% erweitert werden. An vielen Beispielen wird das Verfahren erläutert.

[1] Fette u. Seifen **60**, 1046–1050 (1958). Univ. Münster i. W. u. Dtsch. Inst. Fettforschg., Münster i. W. — [2] KAUFMANN, H. P., u. H. SCHNURBUSCH: Fette u. Seifen **60**, 175 (1958). — [3] Fette u. Seifen **58**, 498 (1956); vgl. diese Z. **159**, 233 (1957/58).
B. ROSSMANN

Über die quantitative papierchromato-polarographische Analyse der Fettsäuren berichten H. P. KAUFMANN und M. M. DESHPANDE[1] in Fortsetzung früherer Arbeiten[2]. Die Fettsäuren (150—300 μg) werden nach der bereits beschriebenen[3] Standardmethode auf mit Undecan imprägniertem Schl. & Sch.-Papier 2040 b mit 95%iger Essigsäure, die mit Undecan gesättigt ist, als Fließmittel aufsteigend oder horizontal chromatographiert. Die getrennten Fettsäuren werden in die Kupfersalze übergeführt, welche nach Ausschneiden der entsprechenden Flecken mit Schwefelsäure extrahiert und zur polarographischen Kupferbestimmung aufgearbeitet werden. Genaueste Einhaltung der im Original beschriebenen Arbeitsvorschrift ist Voraussetzung für das Gelingen der Bestimmung. Mit Hilfe von Test-Fettsäuremischungen wird gezeigt, daß die Metallseifenbildung quantitativ erfolgt und die Fettsäurebestimmung auf $\pm$ 5% genau durchgeführt werden kann.

[1] Fette u. Seifen **60**, 537—541 (1958). Univ. Münster und Inst. f. Fettforschung, Münster (Westf.). — [2] KAUFMANN, H. P.: Fette u. Seifen **58**, 492 (1956); vgl. diese Z. **159**, 233 (1957/58). — [3] KAUFMANN, H. P., u. W. NITSCH: Fette u. Seifen **56**, 154 (1954); **57**, 473 (1955); **58**, 234 (1956); vgl. diese Z. **146**, 115 (1955); **150**, 319 (1956); **157**, 450 (1957).
H. GARSCHAGEN

Zur papierchromatographischen Trennung der höheren Fettsäuren empfehlen V. PALO, V. KOMAN und Z. HRABĚ[1] die Arbeitsweise von F. FRANKS[2] mit kontinuierlich geänderter Lösungsmittelzusammensetzung unter Verwendung einer etwas abgeänderten Apparatur[3]. Nach diesem Verfahren gelingt die glatte Trennung von 8 höheren Fettsäuren (Eruca-, Stearin-, Palmitin-, Öl-, Myristin-, Linol-, Linolen- und Laurinsäure) bei einer Chromatographierdauer von 12—14 Std. Die Kontrolle der jeweiligen Konzentration der mobilen Phase in der Entwicklungswanne während des Chromatographierens (mit Hilfe eines im Original angegebenen Nomogramms schnell durchführbar) läßt erkennen, welche Komponenten der ursprünglichen Mischung gerade abgetrennt worden sind. Die Methode kann auch zur Aufsuchung der Optimalkonzentration von Lösungsmittelsystemen für die papierchromatographische Trennung binärer Fettsäuregemische dienen. — *Ausführung.* Man imprägniert Whatman-Papier Nr. 3 mit einer 10%igen Lösung von reinem Paraffinöl (D 0,88) in Benzol, trocknet bei Raumtemperatur und verwendet das Papier unmittelbar danach zur Chromatographie. Zur Analyse werden 50—200 μg der 5%igen Benzollösungen der Fettsäuren (durch Extraktion, Verseifung und Spaltung aus Lein- und Rapsöl erhalten) sowie bekannte Mengen von Benzol-,

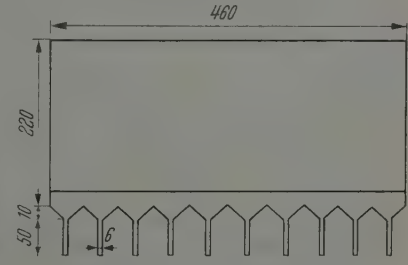


Abb. 1. Form des Papierchromatogrammes nach PALO, KOMAN u. HRABĚ

lösungen der Standardsubstanzen auf den Papierbogen (Abb. 1) so aufgebracht, daß die Flecken genau gegenüber den einzelnen Papierzungen liegen. Das Papierblatt taucht man dann zwischen Glasplatten in die Entwicklungswanne und füllt die Wanne mit 500 ml der mobilen Phase (50%ige Essigsäure). Danach schaltet man den in die Wanne eingreifenden Rührer ein und läßt gleichzeitig konz. Essigsäure in die Entwicklungswanne zufließen. (Die Durchflußgeschwindigkeit wird vorher auf 150 ml/Std eingestellt.) Nach einer Chromatographierdauer von etwa 12 Std (die Front der mobilen Phase soll sich dann 1—2 cm vom Endrande des Papiers befinden) trocknet man die Chromatogramme 2 Std lang bei 120° C, bringt sie für 45 min in eine Kupferacetatlösung (20 ml der gesättigten Lösung + 240 ml Wasser), wäscht darauf den Kupferacetatüberschuß mit fließendem Wasser vollkommen aus (etwa 30 min) und entwickelt die rotbraunen Flecke der Kupferseifen der höheren Fettsäuren, indem man das Papier durch 7,5%ige $K_4Fe(CN)_6$-Lösung zieht.

[1] Chem. Zvesti **12**, 525—532 (1958) [Slowakisch]. (Mit dtsch. Zus.fass.) Techn. Hochsch. Bratislava u. ostslowak. Inst. f. Erzforsch. Spišská Nová Ves (ČSR). — [2] Franks, F.: Analyst **81**, 384 (1956); vgl. diese Z. **157**, 207 (1957). — [3] Koman, V., u. V. Palo: Chem. Zvesti **12**, 513—518 (1958). M. Hřivnáč

Analytische Kennzahlen der Cholesterinester von höheren Fettsäuren werden von J. A. Labarrère, J. R. Chipault und W. O. Lundberg[1] angegeben. Verff. stellen die *Cholesterinester der Laurin-, Myristin-, Palmitin-, Stearin-, Öl-, Linol- und Linolensäure* rein her und bestimmen Schmelzpunkt, spezifische Drehung sowie die Spektren im infraroten und nahen infraroten Bereich. An Hand der IR-Spektren ist eine Identifizierung der Ester möglich. Eine Trennung von gesättigten und ungesättigten Fettsäureestern erreicht man auf siliconisiertem Papier durch aufsteigende „reversed phase"-Papierchromatographie, indem nacheinander zwei verschiedene Fließmittel (Aceton-Äthanol-Ameisensäure-Wasser und Chloroform-Methanol-Ameisensäure-Wasser) angewendet werden. Einzelheiten sind der mit 26 Literaturzitaten versehenen Originalarbeit zu entnehmen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1466—1470 (1958). Univ. Austin, Minn. (USA).
H. Garschagen

Die Identifizierung freier und als Ester gebundener Wachssäuren gelingt schnell und einfach nach W. Fuchs und G. Addicks[1] mit Hilfe der IR-Spektroskopie. Die Abstände der Absorptionsmaxima im IR-Spektrum unverzweigter Monocarbonsäuren zeigen eine gesetzmäßige Abhängigkeit von der Anzahl der Kohlenstoffatome. Der für die Wachssäuren charakteristische Bandenabstand wird aus der Differenz der Wellenzahlen zweier benachbarter Absorptionsmaxima ermittelt. Die Summe der Bandenabstände dividiert durch die Anzahl der Maxima ergibt dann den für die Substanz charakteristischen Bandenabstand. Diese Methode erlaubt auch eine Unterscheidung zwischen den Wachssäuren mit gerader und ungerader C-Zahl, die nach einem anderen Verfahren, z. B. aus der Zahl der Absorptionsbanden zwischen 7,45 und 8,47 μ nicht identifiziert werden können. — Untersucht worden sind die geradkettigen Monocarbonsäuren C_{26}, C_{27}, C_{28}, C_{29}, C_{30} und C_{31} sowie die Ester C_{26}-C_{26}, C_{27}-C_{27}, C_{28}-C_{28}, C_{29}-C_{29}, C_{30}-C_{30}, C_{31}-C_{31}, C_{26}-C_{27}, C_{26}-C_{28}, C_{26}-C_{29}, C_{28}-C_{26} und C_{29}-C_{26}. Die untersuchten symmetrischen Wachsester (C_{26}-C_{26} u. a.) zeigen dieselbe Gesetzmäßigkeit in bezug auf Bandenabstand und Anzahl der Absorptionsmaxima wie die freien Wachssäuren. Auch die Änderung des alkoholischen Bestandteiles der Ester bedingt keine merkliche Abweichung von dem für die Säuregruppe charakteristischen Bandenabstand. Bei den Wachsalkoholen dagegen lassen sich keine von der C-Zahl abhängigen, auswertbaren Banden feststellen. Wachsalkohole können aber bis zu 10% Verunreinigung bei der Identifizierung der einzelnen Wachssäuren und Ester vorhanden sein. Eine Deutung des IR-Spektrums

eines aus mehreren Komponenten bestehenden Wachses ist allerdings wegen der Überlagerung der Banden nicht möglich. Voraussetzung für eine einwandfreie Identifizierung aus dem IR-Spektrum ist demnach eine chromatographische Vortrennung.

[1] Fette u. Seifen **60**, 907—909 (1958). Techn. Hochschule Aachen. H. SPECKER

Die gaschromatographische Trennung von gesättigten und ungesättigten Fettsäureestern aus Talg, Sojabohnenöl, Schweineschmalz und Heringsöl beschreiben B. M. CRAIG und N. L. MURTY[1]. Unter Verwendung von Siliconfett und einem besonders hergestellten Weichmacher als stationären Phasen gelingt eine Trennung der Ester nach Kettenlänge, Zahl der Doppelbindungen und Kettenform. Trennungen von Säuren einer C-Zahl (z. B. C_{18}) gelingen durch Nacheinanderschalten der beiden stationären Phasen. Im Diagramm, das den Logarithmus der Retentionszeit als Funktion der C-Zahl enthält, ergeben sich mit wechselnder C-Zahl jeweils lineare Beziehungen für gesättigte, einfach-, zweifach- und dreifachungesättigte Ester. Bei Verwendung des Weichmachers laufen die Geraden der gesättigten, sowie der einfach- und zweifachungesättigten Verbindungen parallel. — *Apparatur.* Für die Untersuchungen wurde ein selbstgebauter Gaschromatograph verwendet, der mit 4 Gow-Mac-Drähten als Wärmeleitfähigkeitsempfänger ausgerüstet war. Der Brückenstrom betrug 150 mA, zum Registrieren wurde ein 2,5 mV-Recorder verwendet. Als Trägergas diente Helium mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 100 ml/min (Siliconfett-Säule) bzw. von 70 ml/min (Weichmacher-Säule). Die Arbeitstemperatur lag bei 210° C. Die Probengröße schwankte zwischen 3 und 15 μl. — *Trennsäulen.* a) Das gewaschene Siliconfett wurde in Äthylacetat dispergiert, C_{22}-Firebrick (Johns Manville, 1 : 1-Mischung aus 20—30 und 30—40 mesh) hinzugefügt und das Lösungsmittel bei 80—90° C im Vakuum verdampft. Das Verhältnis zwischen stationärer Phase und Trägermaterial betrug 1 : 4 (g/g). Die Säule hatte einen inneren Durchmesser von 0,6 cm und eine Länge von etwa 3,60 m. b) Aus einer zweibasischen Säure (Adipin- bzw. Bernsteinsäure) und Diäthylenglykol, das 1 Gew.-% Diglycerin enthielt, wurden zwei verschiedene Weichmacher synthetisiert. — *Vorschrift unter Verwendung von Bernsteinsäure.* 24 g Bernsteinsäure, 21,2 g Diäthylenglykol, 0,5 g Diglycerin und 0,2 g p-Toluolsulfonsäure werden in einem Rundkolben bei 130° C/2 mm 2 Std unter gelegentlichem Schütteln erhitzt. Die entstandene klare sirupöse Lösung wird in Äthylacetat gelöst, 3 mal mit Wasser gewaschen, über Natriumsulfat getrocknet, filtriert und das Lösungsmittel unter vermindertem Druck entfernt. Der Weichmacher wird dann in bekannter Weise im Verhältnis 1 : 4 auf das Trägermaterial (C_{22}-Firebrick, 20—40 mesh) aufgebracht. Die Säulendimensionen waren 0,6 cm Durchmesser und etwa 1,80 m Länge

[1] Canad. J. Chem. **36**, 1297—1301 (1958). Nat. Res. Council, Saskatoon, Saskatchewan (Canada). D. JENTZSCH

Phenylhydrazin und seine Derivate oder Arsensäure und ihre organischen Derivate (Arsonsäuren) lassen sich nach F. FEIGL und E. JUNGREIS[1] durch eine einfache Tüpfelreaktion nachweisen. Die beiden Komponenten reagieren miteinander unter Bildung von Phenol, welches in der Gasphase durch Einwirkung auf ein mit *2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin getränktes Filterpapier* leicht identifiziert werden kann. *5 µg Phenylhydrazin, 5 µg p-Aminophenylarsonsäure, 5 µg p-Hydroxyphenylarsonsäure* und *10 µg p-Dimethylaminoazophenylarsonsäure* lassen sich noch erfassen. — *Ausführung. Phenylhydrazin, Phenylhydrazone* und *Osazone.* Man mischt 1 Tr. der Probelösung mit 1 Tr. konz. Arsensäurelösung, bringt an die Öffnung des Mikroreagensglases ein Filterpapier, welches mit einer gesättigten Lösung von 2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin in Benzol getränkt ist und stellt das

Reagensglas 3—4 min in kochendes Wasser. Bei Gegenwart von Phenylhydrazin oder seiner Derivate entsteht eine hellbraune Färbung auf dem Papier, die in Ammoniakdampf blau wird. Von Phenolen kann durch Schütteln der alkalischen Probelösung mit Äther oder Benzol getrennt werden. — *Arsonsäuren.* 1 Tr. der wäßrigen Probelösung oder ein wenig von der festen Substanz versetzt man mit 1 Tr. Wasser und einigen Zentigrammen Phenylhydrazinhydrochlorid, legt auf das Reagensglas wieder ein mit der Reagenslösung getränktes Filterpapier und stellt die Mischung 5 min in kochendes Wasser. Wird das Papier anschließend konz. Ammoniakdämpfen ausgesetzt, so erscheint bei Anwesenheit von Arsonsäuren eine Blaufärbung.

[1] Talanta (London) **1**, 367—368 (1958). Lab. Produção Mineral, Rio de Janeiro (Brasilien). G. Denk

Über die Nachweisgrenzen der Flavone mit Tetraphenyl-diboroxyd und langkettigen quartären Ammoniumverbindungen durch die Tüpfelreaktion nach F. Feigl berichtet R. Neu[1]. Von 20 Hydroxyderivaten der Phenyl-benzo-γ-pyrone und ihren Glykosiden wird die Nachweisgrenze in Milligrammen auf Grund der Farbe der Tüpfel auf Filterpapier im Tages- und UV-Licht, die Änderung der Farbe und Nachweisgrenze durch Tetraphenyldiboroxyd sowie durch Tetraphenyldiboroxyd und langkettige quartäre Ammoniumverbindungen mit dem Tüpfeltest bestimmt. Die Flavonderivate zeigen charakteristische Farbreaktionen, die eine Abhängigkeit der entstehenden Farbe von der Stellung und Anzahl der Hydroxylgruppen erkennen lassen und dadurch konstitutionelle Hinweise geben. Einige Flavone zeigen im UV-Licht charakteristische Fluorescenzen. Durch die beiden Reagentien lassen sich die Nachweisgrenzen der Flavone erheblich herabsetzen. Isomere Flavone unterscheiden sich durch die auftretenden Farben und durch Ausbleiben oder Auftreten der Fluorescenz. Der Tüpfeltest mit Tetraphenyldiboroxyd in der beschriebenen Ausführung ermöglicht die Erkennung geringerer Mengen, als sie papierchromatographisch bestimmt werden können. Für einige *Hydroxyphenyl-benzo-γ-pyronderivate* werden die Absorptionsmaxima und -minima nach der Umsetzung mit *Tetraphenyl-diboroxyd* und *Dimethyl-dodecyl-3,4-dichlorbenzyl-ammoniumchlorid* bestimmt und auf deren Auswertung zur Konstitutionsermittlung hingewiesen.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1958**, 715—725. Fa. Dr. Willmar Schwabe, GmbH., Karlsruhe. H. Garschagen

Polarographische Reduktion von Chinon. J. W. Collat[1] studierte den *Einfluß von Zusatzelektrolyten auf die polarographische Reduktion von Chinon*, insbesondere den Einfluß von Mg- und Zn-Ionen, die infolge Hydroxydbildung als Puffer angesprochen werden, und benutzte die Ergebnisse zur Bestimmung der Löslichkeitsprodukte von Zinkhydroxyd auf polarographischem Wege. Aufgenommen wurden Polarogramme von etwa 10^{-3} m Lösungen in 1 m Natriumperchloratlösung bei Gehalten von $0{,}1—1 \cdot 10^{-2}$ m Mg und in 0,27 m Kaliumnitratlösung bei einem Gehalt von 10^{-2} m Zn an der Tropfelektrode (70—80 cm Hg-Säule, $t = 1{,}9—2{,}0$ sec), nach Befreien von Sauerstoff, aus denen dann pOH^0 an der Elektrodenoberfläche berechnet und mit Eichaufnahmen für die Tropfelektrode als p_H-Indicator in Phosphatpufferlösung (0,025 m) beim Nullstrompotential verglichen wurde. Nur für amorphes Zinkhydroxyd wurden mit Literaturwerten übereinstimmende Werte erhalten ($3 \cdot 10^{-16}$). Für orthorhombisches Zinkhydroxyd ($3{,}2 \cdot 10^{-17}$) wurde ebensowenig ein Gleichgewichtszustand erreicht wie für Magnesiumhydroxyd, da die Fällungsreaktionen offenbar zu langsam verliefen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1726—1729 (1958). State Univ. Columbus, Ohio (USA). K. Cruse

Die vollständige gaschromatographische Auftrennung von Methylencyclohexan und der isomeren Methylcyclohexene ist nach E. Gil-av, J. Herling und J. Shabtai[1] mit Silbernitrat enthaltenden flüssigen Phasen möglich. Der Trenneffekt ist auf die unterschiedliche Komplexstabilität der Silberverbindungen der verschiedenen Olefine zurückzuführen. Zur Bereitung der stationären Phase wird Schamottemehl (Johns Manville C-22, 50—80 mesh) mit 4%iger Salpetersäure gewaschen, in Wasser suspendiert, 3 min zur Entfernung der feineren Anteile sedimentieren gelassen und das Sediment bei 120° C getrocknet. 2 Teile des so vorbereiteten Trägermaterials werden mit 1 Teil von an Silbernitrat gesättigtem Glykol imprägniert und diese stationäre Phase in 2 × 1 m lange (4,2 mm Durchmesser) U-förmige Glasrohre gefüllt. Die Trennung wird bei 30° C und einem Trägergasdurchfluß von 66 ml He/min durchgeführt. Die auf Äthylbenzol bezogenen relativen Retentionsvolumina betragen: 1-Methylcyclohexen 0,42; 3-Methylcyclohexen 1,65; 4-Methylcyclohexen 1,49; Methylencyclohexan 2,99. Die quantitative Bestimmung wird durch Berechnung der den einzelnen Banden zukommenden Flächen aus Bandenhöhe mal Bandenbreite in halber Maximumshöhe durchgeführt und durch Beispiele belegt, daß diese Methode bei den angeführten Substanzen innerhalb 1,2% genau ist.

[1] J. Chromatogr. (Amsterdam) **1**, 508—512 (1958). Weizmann Inst. Sci., Rehovoth (Israel). E. Bayer

Über die chromatographische Trennung von Chlorophyll a und b an Eisenoxyd berichten O. Glemser und G. Rieck[1]. Frühere Versuche[2] haben gezeigt, daß der Aktivitätsbereich und die Selektivität beim Eisenoxyd weit größer sind als z. B. beim Aluminiumoxyd. Nunmehr ist festgestellt worden, daß Eisenoxyd bei der Trennung von Chlorophyll a und b allen bisher verwendeten Adsorbentien weit überlegen ist. Die Chlorophylle können tagelang an der Säule adsorbiert bleiben und erst danach eluiert werden, ohne daß eine Veränderung eintritt. Diese Indifferenz gegenüber beiden Komponenten gilt sowohl für das amorphe Gel als auch für das bei höheren Temperaturen hergestellte α-Fe_2O_3 (Hämatit) (im Gegensatz dazu wird Chlorophyll an Aluminiumoxyd stets verändert, selbst an einem Oxyd, das vorher 2 Std auf 1100° C erhitzt worden ist). — Für die Trennung der beiden Komponenten wird das Ausgangsmaterial Eisen(III)-hydroxyd 29 Std bei 50° C getrocknet und anschließend 2 Std auf 1000° C erhitzt. Die Eisenoxydsäule soll eine Länge von 20 cm bei einem Durchmesser von 1 cm besitzen. Man bringt das Gemisch der beiden Chlorophylle als ihre Lösung in Benzin-Benzol (7 : 1) auf die Säule und eluiert mit Benzol. Mit der Lösungsmittelfront wandert eine gefärbte Fraktion, deren Spektrum reines Chlorophyll a anzeigt. Das darauf folgende Eluat enthält beide Komponenten; die letzten Fraktionen sind reines Chlorophyll b, das sich mit Benzol relativ schlecht von der Säule ablösen läßt und daher als stark verdünnte Lösung anfällt.

[1] Naturwissenschaften **45**, 569 (1958). Univ. Göttingen. — [2] Glemser, O., u. G. Rieck: Angew. Chem. **69**, 91 (1957). K. Machner

Oxin. G. Patriarche[1] konnte zeigen, daß sich *Oxin* zuverlässig aus dem Umsatz mit anodisch entwickeltem Brom coulometrisch titrieren läßt, wenn zur Beschleunigung der Umsetzung etwas Kupfersulfat als Katalysator zugesetzt wird. Bei Titration von 0,2—0,5 mg Oxin mit Stromstärken von 4—7 mA und Endpunktsbestimmung nach der Dead stop-Methode liegt der Fehler höchstens bei 2%. Die Methode wird auch auf eine *Kobaltbestimmung* angewendet: 5 ml Probenlösung, 0,15—2 mg Co enthaltend, werden mit 3 g Natriumacetat gepuffert und auf 70° C erwärmt. Nach Zusatz von 0,5 ml 2%iger alkoholischer Oxinlösung wird die Lösung zur Beschleunigung der Kristallisation der Fällung zum Sieden erhitzt und mindestens 2,5 Std sich selbst überlassen. Im Allihnröhrchen (G 4) wird filtriert, 2 mal

mit 25 ml siedendem Wasser gewaschen. Dann wird das Oxinat in 5 ml konz. warmer Salzsäure gelöst, aufgefüllt und ein aliquoter Teil titriert. Die Methode läßt sich auch bei der *Analyse von Medikamenten* anwenden, z. B. zur Co-Analyse einer Lösung von Kobalt-phenylsulfonat und Natriumchlorid oder entsprechender Dragees.

[1] J. Pharmac. Belgique. N. S. **13**, 243—250 (1958). Freie Univ., Brüssel (Belgien). K. Cruse

IV. Spezielle analytische Methoden

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Für die genaue Aschebestimmung in Teeren und aschenarmen Teerpechen (unter 0,1% Asche) haben L. Wnękowska und J. Leśniak[1] die übliche Verbrennungsmethode zweckmäßig modifiziert. Alle anwesenden Kationen werden durch Zugabe von Schwefelsäure vor der eigentlichen Verbrennung in Sulfate übergeführt, die unter den Arbeitsbedingungen nicht flüchtig sind; man braucht keine Verbrennungskatalysatoren, verbrennt aber im Sauerstoffstrom. In der Endphase der Verbrennung (Temp. 800° C) findet die Zerlegung der vorher entstandenen Sulfate in die betreffenden Metalloxyde und freies SO_3 statt. — *Ausführung.* Man wägt etwa 0,5 g der gut durchgemischten Probe in ein Quarz- oder Platinschiffchen ein, befeuchtet mit 3 Tr. Schwefelsäure (Blindversuch auf Aschengehalt in 3 Tr. der benutzten H_2SO_4 notwendig) und bringt das Schiffchen in einer Quarzröhre (Innendurchmesser 18 mm; Länge 1 m) zwischen 2 elektrisch beheizten, verschiebbaren Öfen so unter, daß beide Öfen 3 cm von den Enden des Schiffchens entfernt sind. Dann schaltet man den Sauerstoffstrom (3 Blasen/sec) ein, erwärmt stufenweise auf 400° C und erhält 3 Std auf dieser Temperatur. Dann wird die Temperatur langsam auf 600° C erhöht unter gleichzeitiger Verschiebung der Öfen in 1 cm Entfernung von den Enden des Schiffchens; nach 2 Std langer Verbrennung bei dieser Temperatur erhitzt man auf 800° C (mit nur einem Ofen, der über das Schiffchen geschoben wird) und behält diese Temperatur 1—1,5 Std bei. Hierauf läßt man abkühlen und wägt den unverbrannten Rest. — Das Verfahren gibt etwas höhere Resultate als die Tiegelmethode (bei welcher Aschenteilchen leicht aus dem Tiegel mitgerissen werden). Die Reproduzierbarkeit der gewonnenen Resultate beträgt $\pm$ 0,005% beim Aschengehalt der Probe von weniger als 0,1%.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **2**, 29—34 (1957) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Labor. für Kohlenchem., Bergmänn. Inst., Katowice (Polen). M. Hřivnáč

Die Eignungsprüfung höherer Phenolfraktionen von (Braun-)Kohlenteeren für die Erzeugung von Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten bereitet wegen ungenügender einfacher Analysenmethoden Schwierigkeiten. Für die Kunstharzherstellung ist am wichtigsten der Gehalt an trifunktionellen Meta- und bifunktionellen Ortho- und Paraisomeren, bei Xylenolen der Gehalt an monofunktionellen Isomeren, die die mittlere Reaktionsfähigkeit des Gemisches herabsetzen. Die indirekte bromatometrische Bestimmung nach Koppeschaar ist nicht anwendbar, weil die Phenolhomologen in nicht reproduzierbarer Weise überbromiert werden können. V. Vorobjov[1] empfiehlt daher die direkte Bromierung mit Bromat-Bromidlösung und amperometrische Anzeige des Äquivalenzpunktes, wie sie von I. M. Kolthoff und F. A. Bovey[2] zur bromatometrischen Styrol- und von J. Haslam, S. M. A. Whettem und G. Newlands[3] zur Kresolbestimmung angewendet werden. — *Ausführung.* Man bereitet von den zu untersuchenden Phenolfraktionen eine wäßrige Lösung mit etwa 1 mg Substanz/ml, von der man einen

aliquoten Anteil in saurer methanolischer Lösung mit 0,1 n Kaliumbromat-Kaliumbromidlösung nach den oben angegebenen Verfahren titriert. In der Nähe des Äquivalenzpunktes fügt man, entgegen der üblichen amperometrischen Titrationsweise, die Maßflüssigkeit in genau gleichen Zeitabständen zu, und ermittelt deren Verbrauch (s ml) graphisch als Schnittpunkt der durch den μA-Anfangswert gelegten Waagrechten mit der Geraden des verlängerten linearen Anstiegs der μA-Werte. — Reine Kresole und Xylenole liefern nach dieser Methode theoretische Werte. Technische Kresole geben etwas niedrigere Werte, als sich aus dem m-Kresolgehalt (nach RASCHIG durch Nitrierung bestimmt) errechnen läßt. Die Xylenolfraktionen von Kohlenteeren zeigten Werte, die ihre experimentell durch Kondensation mit Formaldehyd gefundene Reaktivität sehr gut wiedergeben.

[1] Chem. Průmysl **8**, 50—51 (1958). [Slowakisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Forsch.-Inst. f. Kabel u. Isoliermat. Bratislava (ČSR). — [2] Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **19**, 498 (1947); vgl. diese Z. **129**, 301 (1949). — [3] Analyst **78**, 340 (1953); vgl. diese Z. **146**, 386 (1955). H. FREYTAG

Für die Analyse von Phenolen und Kohlenwasserstoffen mittels Gas-Flüssigkeits-Chromatographie hat L. SOKOL[1] eine Ganzglasapparatur entwickelt, die bis 300° C anwendbar ist. Außerdem werden geeignete stationäre Phasen für die Durchführung der Trennungen angegeben. Die Apparatur besteht aus zwei Glaskolonnen (Arbeitslänge 160 cm, Innendurchmesser 6—10 mm), die an einem Ende mit Trägergaszufuhr und Probeninjektionspfropfen versehen sind und an dem anderen Ende mittels eines Schliffes mit Wärmeleitfähigkeitszellen (Wolframdraht; Dicke 0,045 mm; Länge 14 cm; Widerstand 7 Ω) verbunden sind. Die Kolonnen werden in eine Glasröhre (Durchmesser etwa 35—55 mm) untergebracht, die durch einen an der Außenoberfläche angebrachten Widerstandsdraht heizbar ist. Die Registrierung der Zellenimpulse geschieht mittels eines elektronischen Verstärkers und eines Schreibapparates. In allen Fällen wird mit Stickstoff als Trägergas gearbeitet. — Von den untersuchten stationären Phasen (Methylsiliconöl(I), reines Paraffinöl(II), o-Nitrodiphenyl(III), Phenylmethylsiliconöl(IV), Vakuumschmierfett(V), α,β-Dinaphthylsulfon(VI) und β,β-Dinaphtylsulfon(VII) haben sich für die Abtrennung des Benzols von den Benzinkohlenwasserstoffen III (bis zur Temperatur von 120° C anwendbar) und VI (bis zur Temperatur von 220° C anwendbar; wesentlich bessere Temperaturbeständigkeit als Fluorenpikrat) bewährt. IV und V ermöglichen die Trennung Benzol-Cyclohexan; im allgemeinen haben doch die Paraffinphasen bei 80—100° C bessere Betriebseigenschaften für die KW-Stofftrennung als die Methylsiliconölphasen, die andererseits jedoch die höchste Temperaturbeständigkeit (bis zu 250° C) aufweisen. Von den geprüften Trägermaterialien sind Sterchamol und Aluminiumoxyd (Porendurchmesser 100—140 Å) am geeignetsten. — Mit V und auf Siliconen wird für Phenole nur die Trennung nach der Kohlenstoffatomzahl erreicht; auf den Sulfonen allein kommt es zur Überdeckung der einzelnen Substanzen (o-Kresol mit Phenol). Dagegen liefert eine bei 140—160° C mit VI gesättigte Lösung von I in 20%iger Konzentration auf Sterchamol aufgebracht bei 180° C ziemlich gute Ergebnisse in bezug auf die Trennung der Phenole. (In 35 min erhält man auf dem Chromatogramm folgende Reihenfolge der Zonen: Phenol; o-Kresol; m- und p-Kresol; 2,6-Xylenol und 2-Äthylphenol; 2,4- und 2,5-Xylenol; m- und p-Äthylphenol; 2,3- und 3,5-Xylenol und schließlich 3,4-Xylenol. — Die quantitative Auswertung auf Grund der Ausmessung der Flächen[2] der Zonen auf dem Chromatogramm nach Korrektion (mit Hilfe der Eichkurven) kann mit einem maximalen relativen Fehler von $\pm$ 2% durchgeführt werden. Die Auswertung aus den Zonenhöhen ist in den besprochenen Fällen nicht anwendbar. Ohne Eichung läßt sich die quantitative Auswertung mit einem relativen Fehler von $\pm$ 10% ausführen. Die

Schwankung der Geschwindigkeit des Stickstoffstromes von 30—40 ml/min sowie Schwankungen der Temperatur um ± 15°C sind ohne Einfluß auf die Resultate. Wegen zahlreicher weiterer Einzelheiten muß auf die Originalarbeit verwiesen werden.

[1] Chem. Listy **52**, 1726—1734 (1958) [Tschechisch]. Stalin-Werke, Záluží (ČSR). — [2] KEULEMANS, A. I. M., A. KWANTES u. G. W. A. RIJNDERS: Anal. chim. Acta **16**, 29 (1957); vgl. diese Z. **159**, 44 (1957/58). M. HŘIVNÁČ

Die chromatographische Bestimmung von Phenol in technischem o-Kresol hat V. LAKOTA[1] ausgearbeitet. Die neue Arbeitsweise beruht auf der Beobachtung, daß die Chromatographie mit umgekehrten Phasen im System Chloroform-Wasser eine sichere Trennung des Phenols von den Kresolen ermöglicht. In den solchermaßen erhaltenen Eluaten bestimmt man mit 2,6-Dibromchinonchlorimid (Gibbssches Reagens) nach dem Verfahren von J. FRANC[2] das Phenol colorimetrisch. Die maximale Farbintensität wird in 3 Std erreicht. Zur Aufstellung der *Eichkurve* mischt man in 50 ml-Meßkolben die 0—10 μg Phenol bzw. m-Kresol oder die 0—100 μg o-Kresol entsprechenden Lösungsmengen, fügt 20 ml Pufferlösung (62 g Borsäure + 70 g Kaliumchlorid, in 1 Liter n Kalilauge, mit destilliertem Wasser zu 2 l verdünnt; p_H 9,4—9,6) und aus der Mikrobürette 0,1 ml Gibbssches Reagens (frisch bereitete 1%ige äthanolische Lösung von 2,6-Dibromchinonchlorimid) zu und verdünnt mit Wasser zur Marke. Man photometriert die im Dunkeln aufbewahrten Proben nach 3 Std gegen Blindproben bei 620 mμ in 10 cm-(Phenol und m-Kresol) bzw. 2 cm-Küvetten (o-Kresol). In den erwähnten Konzentrationsbereichen gehorcht die Färbung dem Lambert-Beerschen Gesetz. — *Ausführung der chromatographischen Trennung*: Man verwendet eine Säule aus siliconierter Kieselsäure. Zu ihrer Herstellung wird *Hyflo-Super-Cel* zunächst 4 Tage lang mit 15%iger Salzsäure behandelt, dann chloridfrei gewaschen, getrocknet und 20 min lang bei 900°C geglüht. 200 g des so vorbereiteten Materials vermischt man mit einer Lösung von 20 ml Äthyltriäthoxysilan in 480 ml trockenem Tetrachlorkohlenstoff zu einem homogenen Brei, saugt im Büchner-Trichter den Überschuß der Lösung ab und trocknet dann 5 Std bei 160°C. 200 g der siliconierten Kieselsäure gibt man mit 8 mm-Glaskugeln in einen 2 l-Schütteldesintegrator mit Schliffstopfen. Unter ständigem Schütteln fügt man in 5 ml-Portionen insgesamt 150 ml wassergesättigtes Chloroform zu und setzt das Schütteln 30 min lang fort. Dann versetzt man mit soviel Wasser, daß eine breiartige Suspension entsteht. Nach erneutem 30 min langem Schütteln gießt man den Brei auf einen Büchner-Trichter und läßt das überschüssige Wasser abtropfen. Dieser Brei, der durch kurzes Evakuieren im Exsiccator von an der Oberfläche befindlichen Luftbläschen befreit worden ist, wird in üblicher Weise in das Säulenrohr (55 × 2 cm) eingestampft, so daß man schließlich eine Säule von 400 mm Höhe erhält. Bei einem Überdruck von 350 mm Hg beträgt die Durchlaufgeschwindigkeit 2,85 ml/min. Man bringt 1 ml der zu untersuchenden Probe (je etwa 10 μg Phenol, m-Kresol und o-Kresol enthaltend) mit etwa 3 ml Wasser auf die Säule und eluiert dann mit Wasser, das mit Chloroform gesättigt worden ist. Das Eluat wird in 10 ml-Fraktionen aufgefangen, in denen jeweils die colorimetrische Bestimmung durchgeführt wird. Man erzielt eine sehr vollkommene Trennung der 3 Stoffe. Phenol erscheint in den Fraktionen von 100 ml Gesamteluat, m-Kresol von 250—300 ml, o-Kresol bei 400—500 ml. — Handelt es sich nur um die Phenolbestimmung in technischem o-Kresol, so ergibt sich eine wesentliche Vereinfachung insofern, als man m- und o-Kresol nicht zu ermitteln braucht und daher die Säule auf 35 mm verkürzen kann. Damit erhöht sich auch die Durchlaufsgeschwindigkeit auf 3 ml/min. In Serienanalysen ist nur das Phenol zu eluieren, die in der Säule verbliebenen Kresole wäscht man mit Wasser aus und verwirft das Eluat. Nach

Entnahme von 250 ml Eluat zu je 25 ml-Fraktionen wäscht man die Säule mit 750 ml mit Chloroform gesättigtem Wasser, wodurch sie für die nächste Bestimmung vorbereitet ist. — Man erhält sehr gute Resultate mit dieser Methode, auch wenn das Phenol neben der 100fachen m- und 5000fachen o-Kresolmenge vorliegt.

[1] Chem. Listy **52**, 1922—1925 (1958) [Tschechisch]. Ostböhm. chem. Werke Synthesia, Pardubice-Semtín (ČSR). — [2] Chem. Listy **48**, 1526 (1954); vgl. diese Z. **148**, 447 (1955/56). H. Freytag

Bei der Bestimmung kleinster Mengen Gesamtstickstoff in Petroleumdestillaten nach der schon früher angegebenen Adsorptionsmethode[2] muß nach G. R. Bond jr. und C. G. Harriz[1] die Säule, die zur Trennung der einzelnen Verbindungen verwendet wird, unbedingt in einzelne Teile von nicht mehr als 2,54 cm Länge (am besten 1,9 cm) zerlegt werden, um einen glatten Kjeldahl-Aufschluß zu gewährleisten. Außerdem haben Verff. auch die Blindwertbestimmung modifiziert. Das Silicagel für den Blindversuch wird nunmehr ebenfalls in eine Austauschersäule gebettet, mit etwa 5 ml stickstofffreiem Isooctan befeuchtet und in gleicher Weise wie die übrigen Proben aufgeschlossen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1882 (1958). Houdry Process Corp., Marcus Hook, Pa. (USA). — [2] Bond jr., G. R. u. C. G. Harriz: Analyt. Chemistry **29**, 177 (1957); vgl. diese Z. **158**, 391 (1957). K. Machner

Erdöl und Erdölprodukte. Im Rahmen einer Untersuchungsreihe über die Zusammensetzung eines typischen Erdöls[1] haben B. J. Mair, S. P. Davidson, N. C. Krouskop und F. D. Rossini[2] den aromatischen Anteil der Petroleumfraktion mit dem Siedebereich von 170—180° C durch einfache und azeotrope Destillation sowie mit Hilfe der Absorptionschromatographie in seine einzelnen Komponenten aufgetrennt. Insgesamt konnten 7 Verbindungen isoliert werden, die als Isobutylbenzol (Siedepunkt 172,76° C), sek.-Butylbenzol (173,30° C), 1-Methyl-3-isopropylbenzol (175,14° C), 1,2,3-Trimethylbenzol (176,08° C), 1-Methyl-4-isopropylbenzol (177,10° C), Indan (177,8° C) und 1-Methyl-2-isopropylbenzol (178,15° C) identifiziert worden sind. Der Anteil dieser Aromatenfraktion im Rohöl beträgt 0,35 Vol-%. Daran sind die einzelnen Verbindungen (in der oben angegebenen Reihenfolge) mit 0,008, 0,017, 0,08, 0,19, 0,04, 0,003, bzw. 0,009 Vol-% beteiligt.

[1] Rossini, F. D., B. J. Mair u. A. J. Streiff: Hydrocarbons from Petroleum, Reinhold, New York, 1953. — [2] Analyt. Chemistry **30**, 1814—1817 (1958). Carnegie Inst. of Techn., Pittsburgh, Pa. (USA). K. Machner

E. Terres, K. Esser und C. Schott[1] führen die bereits früher untersuchte *Zerlegung der aromatischen Extrakte der Kerosen- und Gasölfraktion* bei der Erdölanalyse[2] näher aus. Beschrieben werden — die Aufarbeitung der Endextrakte in Feinfraktionen, die Identifizierung ihrer Komponenten und die Auswertung der Ergebnisse. — Zur destillativen Zerlegung benutzen Verff. eine Schrägfilmkolonne mit einer theoretischen Bodenzahl von 55 Böden. Durch Azeotropiebildung in einzelne Fraktionen verschleppte Naphthalinanteile sowie nach Dehydrierung der Hydronaphthalinanteile mittels Schwefelblume nach W. Foerst erhaltene Naphthaline werden als Pikrate nach der Methode von Croscing gefällt und nach Freisetzung aus den Pikraten mittels IR-Spektrographie identifiziert. Die restlichen Fraktionsanteile werden durch Verdrängungschromatographie an einer näher beschriebenen Silicagelsäule zerlegt. Dabei eignen sich als Desorptionsmittel Methanol und Äthanol für Kohlenwasserstoffe von einem Siedebereich von 35 bis 180° C, Isopropanol von 180—230° C, 1-Hexanol von 230—320° C und Cyclohexanol für die leichtere Schmierölfraktion. Die Auswertung der Zerlegungsergebnisse

erfolgt nach der von E. van Nes und H. A. van Westen entwickelten n-d-M-Methode. Es wird darunter die auf Grund der Werte für Brechungsindex n_D^{20}, Dichte d_4^{20} und Molekulargewicht M von aromatischen und naphthenischen Ringkohlenwasserstoffen mit einer oder mehreren paraffinischen Seitenketten aufgebaute statistische Verteilung der Aromatringe, Cycloparaffinringe und der paraffinischen Seitenketten verstanden, ohne Bezug zu nehmen auf ihre strukturelle Verkettung. Der Berechnung ist eine hypothetische Molekel mit einer unendlichen Zahl CH_2-Gruppen zugrunde gelegt, und aus der Differenz der gemessenen Brechungsindices und Dichten und der entsprechenden Werte dieser hypothetischen Molekel werden 2 Faktoren berechnet, mit deren Hilfe aus dem gemessenen Molekulargewicht nach aufgestellten Gleichungen der Prozentsatz an aromatisch gebundenem Kohlenstoff C_A und der Prozentsatz an aromatisch + naphthenisch gebundenem Kohlenstoff = der sogenannte Ringkohlenstoff = C_R berechnet werden. Der naphthenisch gebundene Kohlenstoff ergibt sich aus der Differenz $\%C_N = \%C_R - \%C_A$ und der in paraffinischen Seitenketten gebundene Kohlenstoff C_p aus: $\%C_p = 100 - \%C_R$. Für die Berechnung der beiden Faktoren aus Brechungsindex und Dichte wird auf die einschlägige Literatur verwiesen. Für den Zweck der Identifizierung der Extraktfraktionen bzw. ihrer Komponenten lassen sich auf Grund des Quotienten aus Brechungsindex und Dichte in Verbindung mit dem betreffenden Molekulargewicht bestimmte Kohlenwasserstoffgruppen zuordnen, wozu man die gemessenen Werte n_D^{20}/d_4^{20} gegen M (als Abszisse) in ein rechtwinkliges Koordinatensystem aufträgt. Außerdem hat E. Terres[2] gezeigt, daß bei der graphischen Darstellung der Beziehung $\frac{n_D^{20}}{d_4^{20}} f\left(\frac{1}{C}\right)$, d. h. bei dem reziproken Wert des Kohlenstoffgehaltes als Abszisse, nach der chemischen Formel der betreffenden Verbindung, alle Kohlenwasserstoffe der einzelnen Klassen jeweils auf Geraden liegen, die sich in dem Nullpunkt von 1/C schneiden. Danach ordnen sich die Kohlenwasserstoffe einer bestimmten Grundstruktur auf geradlinigen Strahlen an, welche von diesem Nullpunkt ausgehen. Einzelheiten und Ergebnisse entnehme man dem Original.

[1] Brennstoff-Chem. **39**, 321—329 (1958). Carl-Engler und Hans-Bunte-Inst. Mineralöl- und Kohleforsch., T.H. Karlsruhe. — [2] Terres, E.: Brennstoff-Chem. **39**, 97 (1958); vgl. diese Z. **165**, 386 (1959). R. Fresenius

M. L. Whisman und B. H. Eccleston[1] haben die *polarographische Bestimmung von Hydroperoxyden in Kraftstoffen* nach W. R. Lewis, F. W. Quackenbush und T. DeVries[2] so modifiziert, daß die Analyse auch in nur 1—2 ml Probe in nur 6 min ausführbar ist. — *Vorschrift.* Die Grundlösung, eine 0,3 m Lithiumchloridlösung im Methanol-Benzolgemisch (1:1), wird zunächst am besten mit Helium (an Gemischdämpfen gesättigt) von Sauerstoff befreit (15 min). 1—2 ml Hydroperoxydlösung in Isooctan-Benzol (1:1) werden dann mit dieser Grundlösung auf 10 ml aufgefüllt. Im Polarographiergefäß wird weitere 4 min mit Helium durchgast (bei Verwendung von Stickstoff sind längere Zeiten erforderlich), schließlich wird die Tropfelektrode ($t = 2{,}73$ sec, $m^{2/3}\,t^{1/6} = 2{,}669\ mg^{2/3}\,sec^{-1/2}$ bei 24,5° C) eingesetzt, noch 1 min mit Helium durchgast und schließlich unter Helium mit 0,148 V/min polarographiert. Einfacher als die Vermessung der Stufenhöhe beim Halbstufenpotential und ebenso genau ist die Bestimmung des Diffusionsstromunterschieds bei −0,3 und −1,3 V gegen die gesättigte Kalomelelektrode ohne Aufnahme des gesamten Polarogramms. Diese Stufenhöhe ist der Peroxydzahl (mval aktiver Sauerstoff je Liter) linear proportional. Das Ergebnis an 41 verschiedenen Kraftstoffen stimmt gut überein mit der Analyse nach der Arsenitmethode, bei der allerdings die mittlere Abweichung vom Sollwert bei Peroxydzahlen von 25—100 um die Hälfte geringer ist (0,270 gegenüber etwa 0,60). Für Peroxydzahlen 0—5 liegt die mittlere Abweichung

der polarographischen Ergebnisse bei 0,08—0,10 gegenüber 0,018 bei der umständlicheren chemischen Analyse. Hier liegt der Vorteil allein in der Schnelligkeit der Ausführung von Analysen.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1638—1640 (1958). Bureau of Mines, Bartlesville, Okla. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **21**, 762 (1949). K. Cruse

Zur Mikrobestimmung von Arsen in Petroleumfraktionen und Katalysatoren haben D. Liederman, J. E. Bowen und O. I. Milner[1] geeignete Untersuchungsmethoden ausgearbeitet. Das Arsen wird durch Extraktion (bei Petroleumfraktionen) oder Schmelzaufschluß (bei Katalysatoren) aus der Probe isoliert, durch Destillation als Trichlorid angereichert und nach Reaktion mit Ammoniummolybdat colorimetrisch bestimmt. — *Arbeitsweise. Analyse von Petroleumfraktionen.* Man mischt in einem 200 ml-Rundkolben (mit Vigreux-Aufsatz) 25 ml 30%ige Wasserstoffperoxydlösung mit 25 ml konz. Schwefelsäure, kühlt ab (auf 0—5°C) und versetzt mit etwa 40 g der zu untersuchenden Petroleumfraktion. Bei Proben mit niedrigem Olefingehalt wird das Reaktionsgemisch 2 min kräftig geschüttelt, danach 15 min unter Rückfluß erhitzt, anschließend erneut 2 min geschüttelt, weitere 15 min unter Rückfluß erhitzt und bis zum Auftreten dichter Schwefelsäurenebel eingedampft (Kohleteilchen werden durch tropfenweise Zugabe von Perhydrol oxydiert). Man kühlt ab und verdünnt mit 20 ml dest. Wasser. Bei Proben mit hohem Olefingehalt, die sehr heftig mit dem H_2SO_4-H_2O_2-Gemisch reagieren, schüttelt man das Reaktionsgemisch vorsichtig bei aufgesetztem Kühler, bis die wäßrige Phase einen rötlichbraunen Farbton angenommen hat, der nicht mehr aufhellt (wenn die Reaktion zu heftig wird, muß der Kolben im Eiswasserbad gekühlt werden). Man kühlt ab, entfernt den Kühlaufsatz, gibt unter Schütteln 15 ml 30%ige Wasserstoffperoxydlösung zu und erhitzt unter tropfenweiser Zugabe von konz. Salpetersäure und (falls erforderlich) weiterer H_2O_2-Lösung, bis eine klare Lösung erhalten wird und dichte Schwefelsäurenebel zu beobachten sind. Der Eindampfrückstand wird nach dem Abkühlen mit 20 ml dest. Wasser verdünnt. Man spült die erhaltene, schwefelsaure Arsenlösung quantitativ in die Destillationsapparatur (Abb. im Original), versetzt mit 1,5 g Eisen(II)-sulfat und 10 g Natriumchlorid, gibt vorsichtig (ohne zu schütteln) 50 ml konz. Salzsäure zu, schließt sofort den Destillationsaufsatz und die Vorlage an (die Vorlage enthält 15 ml konz. Salpetersäure; sie wird in einem Eisbad gekühlt) und erhitzt die Lösung langsam (im Verlauf von etwa 1 Std) auf 50°C. Die Destillation wird dann bei erhöhter Temperatur fortgesetzt. Sobald das Thermometer mehr als 100°C anzeigt und die ersten Flüssigkeitstropfen abdestillieren, wird die Vorlage vom Destillationsaufsatz getrennt und ihr Inhalt mit 10 ml Wasser quantitativ in einen 50 ml-Becher gespült. Man verdampft zur Trockne (Sandbad, 135 ± 10°C), erhitzt den Rückstand 5 min in einem Ofen bei 135 ± 10°C, kühlt ab, versetzt mit 4,50 ml 0,05%iger salzsaurer Ammoniummolybdatlösung [0,555 g $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4\,H_2O$ + 25 ml konz. Salzsäure + dest. Wasser auf 1 l] und 0,5 ml 0,1%iger wäßriger Hydrazinsulfatlösung (die Lösung wird wöchentlich frisch bereitet), mischt gut durch, erhitzt das Reaktionsgemisch in einem 10 ml-Reagensglas bei verschlossenem Glasschliffstopfen 10 min im kochenden Wasserbad, kühlt ab und mißt die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 840 mμ unter Verwendung von 7 cm-Spezialküvetten (Abb. im Original) (alle Außenwände der Küvette werden zum Schutz gegen seitlich einfallendes Streulicht mit optisch schwarzer Farbe gestrichen). Vergleichslösung ist Wasser. — *Zur Bestimmung von Arsen in Katalysatoren* werden 0,3 bzw. 0,6 g der feingemahlenen Probe (für Arsengehalte über bzw. unter 0,05%) in einem Platintiegel mit 3 g Natriumperoxyd innig gemischt. Man überschichtet noch zusätzlich mit 1 g und schmelzt das Gemisch 1 Std bei 500 ± 25°C (Muffelofen). Die Schmelze wird bei bedecktem Becher in 25 ml Wasser gelöst. Man läßt abkühlen,

versetzt vorsichtig mit 40 ml Schwefelsäure (1 : 1), spült die Lösung quantitativ in den Destillationskolben, verdampft einen Teil der Flüssigkeit, bis dichte Schwefelsäurenebel zu beobachten sind, kühlt ab, verdünnt mit 20 ml dest. Wasser und setzt die Analyse in der beschriebenen Weise fort. Für die Durchführung der Farbreaktion werden jedoch 15 ml 0,08%ige Ammoniummolybdatlösung [1,67 g $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ + 75 ml konz. Salzsäure + dest. Wasser auf 2 l] und 2,5 ml der 0,1%igen Hydrazinsulfatlösung verwendet. Man verdünnt mit Wasser auf 25 ml, erhitzt 10 min im kochenden Wasserbad, kühlt ab und mißt die Extinktion bei 840 mμ unter Verwendung von 1 cm-Küvetten. Blindversuche werden entsprechend durchgeführt. An Hand geeigneter Eichkurven wird ausgewertet. Im Bereich von 0,02—2 μg (für Spezialküvetten) bzw. 5—40 μg Arsen (für 1 cm-Küvetten) folgen die Kurven dem Beerschen Gesetz. Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten.

[1] Analyt. Chemistry **30**, 1543—1546 (1958). Socony Mobil Oil Co., Inc., Paulsboro N. J. (USA). K. Machner

Die polarographische Bestimmung von 2,2'-Azo-bis-isobutyronitril (ABN) in Vinylbutyl- und Methylmethacryläther benutzen M. I. Bobrova und A. N. Matveeva-Kudaševa[1] um den Vorgang der thermischen Zersetzung von ABN verfolgen zu können. Als Grundelektrolyt dient ein 1:1-Gemisch von Äthanol und wäßriger $(C_2H_5)_4NJ$-Lösung. Auf diese Weise ist die Tendenz zur Kettenbildung in verschiedenen Medien untersucht und die Konstante des thermischen Zerfalls ermittelt worden.

[1] Ž. obšč. Chim **28**, 3297—3302 (1958) [Russisch]. Ingenieur- und Wirtschaftsinst. Leningrad. O. Gautsch

Zum Nachweis von monomerem ε-Caprolactam im Caprolactam-Polymer eignen sich nach K. Czerepko und L. Jaroszewicz[1] die Farb- und Fällungsreaktionen mit Wismutkaliumjodid[2] oder mit Ninhydrin[3]. — *Ausführung. a) Nachweis mit Jodobismutat.* Man kocht 5—10 g gut zerkleinertes Polymer 10—15 min lang mit 50 ml Wasser, säuert 1—5 ml der abgekühlten Flüssigkeit mit 2 n Schwefel-, Salz- oder Salpetersäure an und fügt eine kleine Menge der Kaliumjodobismutatlösung hinzu. In Gegenwart des Monomeren scheidet sich sofort ein schwerer flockiger, orange bis rotorange gefärbter Niederschlag ab, der nach einiger Zeit bei Raumtemperatur, rascher beim Erwärmen und schnellem Abkühlen kristallin wird. Man kann auf diesem Wege weniger als 0,3% vom Caprolactam-Monomeren im -Polymeren nachweisen. — *b) Der Nachweis mit Ninhydrin* gelingt erst, nachdem man das Caprolactam durch saure Hydrolyse in ε-Aminocapronsäure übergeführt hat. Man säuert dazu 10 ml des wie oben hergestellten wäßrigen Auszuges der Probe mit 20 Tr. konz. Salzsäure an, erwärmt und hält 2—5 min im Sieden. Nach dem Abkühlen fügt man etwa 5 Tr. der 1%igen wäßrigen Ninhydrinlösung zu und neutralisiert sofort mit 1 n Natronlauge bis zum Auftreten einer gelben Färbung. Darauf erwärmt man die Flüssigkeit wiederum bis zum Kochen, wobei die Färbung (nur im p_H-Bereich von 6,35—6,5) nach Violettblau umschlägt. Die Farbe verblaßt nach einiger Zeit; bei größeren Monomerkonzentrationen kommt es zur Ausscheidung eines kristallinen, violettblauen Niederschlags (Mikrobild im Original). Zusatz von Aceton oder besonders von n-Propanol wirkt auf die Farbreaktion beschleunigend und stabilisierend ein. — Beide Reaktionen können zur quantitativen Bestimmung des Caprolactam-Monomeren sowie zur Ermittlung von Caprolactam-Monomer neben ε-Aminocapronsäure angewandt werden.

[1] Chem. analit. (Warszawa) **2**, 173—175 (1957) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Medizin. Akad., Białystok (Polen). — [2] Czerepko, K., u. H. Sikorska-Tomicka: Chem. analit. (Warszawa) **2**, 44 (1957); vgl. diese Z. **168**, 284 (1959). — [3] Zahn, H., u. B. Wollemann: Melliand Textilber. **32**, 927 (1951). M. Hřivnáč

Namen- und Sachverzeichnis des 169. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

Abd El Raheem, A. A., und F. A. Osman, The Use of Omega Chrome Black Blue G in Chelatometric Titrations 328 [Or]

Abd El-Wahab, M. F., siehe Barakat, M. Z.

Abel, E., und H. Barth, Bestimmung von Mikrogrammengen Gesamtschwefel in technischen Gasen 209

Abou-Elnaga, M. A., siehe Elbeih, I. I. M.

Adamec, M., siehe Řezáč, Z.

Adams, R., J. C. Woodward, M. G. Crane und J. E. Holloway, Bestimmung von Chrom-51 und Jod-131 in doppelt markiertem Blut 310

Addicks, G., siehe Fuchs, W.

Agarwal, R. P., siehe Taimni, I. K.

Agarwal (Agrawal), S. P., siehe Srivastava, T. N.

Aggarwal, R. C., siehe Srivastava, T. N.

Agterdenbos, J., Die Bestimmung von Barium als Sulfat 81 [Or]

Ahuja, J. S., siehe Taimni, I. K.

Akaza, I., siehe Kiba, T.

Akerfeldt, S., Bestimmung der Plasmaaminoxydaseaktivität 160

Alber, H. K., siehe Steyermark, A.

Albers, W., und O. H. Lowry, Bestimmung von Fetten 394

Alfonsi, B., Bestimmung von Cu, Pb, Sn und Sb in Bronze und in Messing 212

Allan, J. E., Anwendungsmöglichkeiten der Atom-Absorptionsspektrometrie 425

Almássy, Gy., Z. Nagy und J. Straub, Bestimmung von Uran mit Morin 136. — Siehe auch Kiss, A.

Alon, A., siehe Cimerman, Ch.

Aluise, V. A., siehe Steyermark, A.

Ambühl, H., Colorimetrische Bestimmung von Chlorid in Wässern 212

American Society for Testing Materials, Definitionen in der Gaschromatographie 359

Ames, S. R., H. A. Risley und Ph. L. Harris, Bestimmung von Vitamin A 202

Anderson, D. M. W., und J. L. Duncan, Infrarotspektrometrie in der Gasphase 426

Anderson, E. E., siehe Beaufait jr., L. J.

Andreasov, L. M., E. I. Vail, V. A. Kremer und V. A. Šelichovskij, Titration von Silber, Kupfer, Blei und Thallium mit Thioacetamid 122

Anthony, P. Z., und J. E. Geever, Identifizierung jodierter Derivate von Tyrosin und Thyronin 239

Antoszewski, R., und J. S. Knypl, Eine neue chemichromatographische Methode zur Phosphatbestimmung 269 [Or]

Archer, E. E., Argentometrische Bestimmung von Halogenid- und Cyanidionen mit Dithizon als Indicator 153

Ardizio, P., siehe Naves, Y.-R.

Ariel, M., siehe Selzer, G.

Arient, J., und J. Franc, Untersuchung von Imidazolfarbstoffen als 1,4,5,8-Naphthalintetra- und 1,8-Naphthalinindicarbonsäure 60

Armstrong, G. W., siehe Gill, H. H.

Arnold, J. R., Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45

Artigas, J., siehe Buscaróns, F.

Aspen, A. J., und A. Meister, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]

Auerbach, C., Nichtadditive polarographische Diffusionsströme 34

Averell, P. R., und M. V. Norris, Bestimmung von Parathion 316

Babcock, R. F., siehe Fischer, R. B.

Babko, A. K., und F. G. Žarovskij, Anwendung der Extraktion in der anorganischen Analyse 369

Badgett, C. O., siehe Cherry, R. H.

Bährecke, G., und H. Gebauer, Bestimmung von Vitamin D 204
Bakács-Polgár, E., und L. Szekeres, Bestimmung von Alkalicarbonaten und -hydrogencarbonaten 373
Balasundaram, S., H. R. Cama, D. A. Malik und C. Venkateshan, Entfettung von Mehlproben 397
Ball, R. G., siehe Menis, O.
Balloffet, G., siehe Romand, J.
Banerjee, G., und A. H. A. Heyn, Trennung des Urans von Wismut durch Anionenaustausch 137
Banerjee, S. N., siehe Siddhanta, S. K.
Bankovskij, Ju. A., und A. F. Ievinš, Bestimmung von Kupfer 119. — Photometrische Bestimmung von Palladium 154
Banks, Ch. V., und C. H. Byrd, Bestimmung von Thorium in Monazit- und Schwarzsand 133
Banks, Ch. V., D. W. Klingman und C. H. Byrd, Bestimmung von Thorium in Monazit- und Schwarzsand 133
Banks, Ch. V., J. A. Thompson und J. W. O'Laughlin, Bestimmung kleiner Mengen Seltener Erden in Uran 217
Barak, A. J., siehe Humoller, F. L.
Barakat, M. Z., M. F. Abd El-Wahab und M. El-Sadr, Bestimmung von Vitamin C 203
Barbieri, R., U. Belluco und G. Tagliavini, Trennung von Alkyl- und Arylbleichloriden und -nitraten sowie von Alkyl- und Arylzinnchloriden 380
Barendsen, G. W., Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45
Barker, S. B., M. J. Humphrey und M. H. Soley, Bestimmung von proteingebundenem Jod im Serum 312
Barkovskij, V. F., Bestimmung von Vanadium und Chrom durch photometrische Titration 147
Barnard, jr., A. J., W. C. Broad und H. Flaschka, Bericht über ÄDTA-Titrationen 39. — Siehe auch Flaschka, H.
Barth, H., siehe Abel, E.
Bastian, R. P., siehe Cosgrove, J. F.
Batt, R. F., siehe Martin, J. T.
Baye, L. J., siehe Wilson, R. F.
Beamish, F. E., siehe Westland, A. D.
Beaufait, jr., L. J., E. E. Anderson und J. P. Peterson, Eichung eines Gamma-Spektrometers 46
Beck, A., siehe Kertes, A. S.
Beck, L. W., siehe MacGee, J.
Becker, E., und L. Krull, Analyse von Monoglyceriden und freiem Glycerin 55
van Beers, G. J., S. Sparreboom und J. G. Keppler, siehe Sinclair, H.M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Bekemeier, H., G. Pfennigsdorf und W. Ponsold, Bestimmung von Vitamin D mit verschiedenen Röntgenmethoden 204
Belcher, R., R. A. Close und T. S. West, Komplexometrische Bestimmung von Calcium neben Magnesium 124
Belcher, R., und H. Weisz, Trennung von Anionen 371
Bell, P. R., siehe Francis, J. E.
Bellen, Z., und B. Sękowska, Bestimmung des Diäthylesters der Diäthylmalonsäure, der Monoäthylmalonsäure und der Malonsäure in technischem Diäthylmalonsäurediäthylester 302
Belluco, U., siehe Barbieri, R.
Ben-Bassat, A. H. I., siehe Kertes, A. S.
Benešová, S., siehe Zahradníček, M.
Bennett, F. W., und A. G. Sharpe, Wirkungsweise von Interhalogenverbindungen 378
Bentley, F. F., E. F. Wolfarth, N. E. Srp und W. R. Powell, Analytische Verwendung des langwelligen IR-Spektrums 358
Beranová, D., und S. Hudeček, Bestimmung von Hexamethylentetraamin in Preßmassen 300
Berbalk, H., Papierelektrophorese aliphatischer Aldehyde 381
Berbalk, H., und O. Schier, Bestimmung aliphatischer Aldehyde 381
Bercovici, M., siehe Constantinescu, D. G.
Berg, E. W., und J. T. Truemper, Trennung von Zink, Cadmium und Quecksilber 126
Bergkvist, R., Trennung von Nucleotiden durch kontinuierliche Ionophorese 320
Bergmann, F., und S. Dikstein, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Berka, A., und J. Zýka, Titrationen mit Blei(IV)-acetatlösungen 40
Berlin, N. I., siehe Nathan, D. G.
Bermejo-Martínez, F., und M. Paz Castro, Nachweis von Eisen und

Vanadium mit Äthylenglykol-bis-(β-aminoäthyläther)-N,N'-tetraessigsäure 376
Bermejo-Martínez, F., und R. Rey-Mendoza, Photometrische Bestimmung von Eisen(III) 441. — Bestimmung von Kobalt mit 1,2-Diaminocyclohexan-tetraessigsäure 376
Berry, J. F., siehe Rouser, G.
Berther, C., K. Kreis und O. Buchmann, Quantitative Bestimmung von Cyanhydrinen 184 [Or]
de Bethune, A. J., siehe Stern, M.
Bhatnagar, C. S., siehe Saxena, R. S.
Bhattacharya, K. R., Bestimmung von Arginin in biologischen Material 239
Bhattacharya, K. R., J. Datta und D. K. Roy, Bestimmung von Arginin 239
Bighi, C., siehe Cavallaro, L.
Biles, J. A., siehe Penprase, W. G.
Biller, W. F., siehe Quiram, E. R.
Bishop, E., Differentielle elektrolytische Potentiometrie 431. — Anwendung von Cyanat bei der Analyse chromhaltiger Erze und Legierungen 277
Blaedel, W. J., und J. W. Todd, Kontinuierliche Polarographie in Eluaten, die aus Austauschersäulen ablaufen 364
Blake, G. G., Elektrostatische Entladungsmethoden zur Zonenlokalisation in Papierchromatogrammen 430
Le Blanc, R. B., Verhalten von Acetalen im Massenspektrometer 451
Blažek, J. Bestimmung von Nemural 63
Bloom, W. L., Bestimmung von Aceton, Acetessigsäure und β-Hydroxybuttersäure in biologischen Flüssigkeiten 315
Bloor, W. R., Bestimmung von Fettstoffen 393
Bobrova, M. I., und A. N. Matveeva-Kudaševa, Polarographische Bestimmung von Nitrilen 451. — Bestimmung von 2,2'-Azo-bis-isobutyronitril in Vinylbutyl- und Methylmetacryläther 464
Bock, R., und S. Gorbach, Bestimmung von Vanadiumspuren in verschiedenen Materialien 146
Bode, H., und F. Neumann, Untersuchung über disubstituierte Dithiocarbamidate. VII. Mitteilung. Die Beständigkeit der Diäthyldithiocarbamidsäure beim Schütteln von CCl_4- und $CHCl_3$-Lösungen des Diäthylammonium-diäthyldithiocarbamidats mit wäßrigen Mineralsäuren 410 [Or]
Bodendorf, K., Kurzes Lehrbuch der pharmazeutischen Chemie, auch zum Gebrauch für Mediziner 230 [L]
Boelsma-van Houte, E., siehe Böttcher, C. J. F.
Böttcher, C. J. F., J. G. Keppler, C. C. Ter Haar Romeny-Wachter, E. Boelsma-van Houte und C. R. van Gent, Zusammensetzung der Fettstoffe in der Arterienwand 393
Bogovina, V. I., und V. G. Selivanov, Amperometrische Borsäurebestimmung 372
Boissier, J.-R., siehe Dumont, C.
Bokštejn, B. S., siehe Krjukov, S. N.
Bond, A. M., und M. M. Murray, Fluoridbestimmung 438
Bond, jr., G. R., und C. G. Harriz, Bestimmung von Gesamtstickstoff in Petroleumdestillaten 461
Bond, G. W., siehe Rebertus, R. L.
Bone, A. D., siehe Weil-Malherbe, H.
Bonitz, E., Analyse von Alkylaluminium-Verbindungen 50
Borgström, B., Ionenaustausch von Fettsäuren 393
Borkowski, T., und S. Trojnar, Vorrichtung zur gleichzeitigen Entwicklung mehrerer zweidimensionaler Chromatogramme 363
Borsova, A. V., und N. N. Sorokina, Untersuchung von binären Legierungen 227
Bose, S., Bestimmung von Quecksilber durch Reduktion mit Natriumformiat 127
Bovey, F. A., siehe Kolthoff, I. M.
Bovey, L., Analyse von Gemischen von Wasserstoff, Deuterium und Tritium 116
Bowden, R., siehe Sansum, W. D.
Bowen, J. E., siehe Liederman, D.
Box, G. E. P., und K. B. Wilson, Oxydation von Chrom 153
Boyd, G. F., Neutronenaktivierungsanalyse von Aluminiumlegierungen 214
Braman, R. S., siehe DeFord, D. D.
Brandstätter-Kuhnert, M., und A. Martinek, Analyse von Zweistoffgemischen 38
Brandt, W. W., siehe Zimmerman, E.
Brannon, H. R., M. S. Taggart und M. Williams, Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45
Bratek, M. D., siehe Wiewiórowski, M.

Braun, T., I. Maxim und I. Galateanu, Radiometrische Titrationen mit Komplexbildnern 38
Bray, R. C., Mikrobestimmung von Schwefelwasserstoff 149
Březina, M., und P. Zuman, Polarography in Medicine, Biochemistry and Pharmacy 230 [L]
Brháček, L., Bestimmung von Aluminium und Eisen in technischen Produkten und Gesteinen 226
Broad, W. C., siehe Barnard, jr., A. J. sowie Flaschka, H.
Brodie, B. B., siehe Udenfriend, S.
Bronsch, K., siehe Brüggemann, J.
Brooksbank, jr., W. A., G. W. Leddicotte und J. A. Dean, Neutronenaktivierungsanalysen von Aluminiumlegierungen 214
Brooksbank, jr., W. A., G. W. Leddicotte und H. A. Mahlmann, Neutronenaktivierungsanalyse von Aluminiumlegierungen 214
Brown, J. A., und M. M. Marsh, Bestimmung von Ge, P und As 140
Brown, J. F., und R. J. Weir, Vollautomatische Titriereinrichtung zur Säure-Base-Titration 48
Brown, M. P., und G. W. A. Fowles, Analyse von verschiedenen Metallorganoverbindungen 50
Brown R. H. G. D. Duda S. Korkes und P. Handler, Apparatur zur Bestimmung von Ammoniak 149
Brüggemann J. und K. Bronsch, Die Bestimmung von Nitrofurazon in pflanzlichen und tierischen Geweben 88 [Or]
Brüggemann, J., W. Krauss und J. Tiews, Bestimmung von Vitamin A 201
Brugger, G., Bestimmung von Magnesium im Boden 288
Brugsch, J., Bestimmung von Porphyrinen 400
Bruss, D. B., und G. A. Harlow, Konduktometrische Titrationskurven von Phenolen in nichtwäßrigen Lösungen 383. — Siehe auch Harlow, G. A.
Bubernak, J., M. S. Lew und G. M. Matlack, Bestimmung von Americium-241 in Plutonium-239 139
Bucek, W., siehe Roberts, H. R.
Buchholz, C. H., Nachweis von Radiocyanocobalamin im Schilling-Test auf perniciöse Anämie 202
Buchmann, O., siehe Berther, C.
Budwig, J., siehe Kaufmann, H. P.
Budzyński, A. Z., Z. J. Zubrzycki und I. G. Campbell, Anwendung von Radioisotopen zur quantitativen Papierchromatographie von Fettsäuren 382
Bujanov, N. V., und N. P. Kaminskaja, Spektralanalyse von Permalloy und anderen binären Legierungen 227
Burchfield, H. P., und E. E. Storrs, Bestimmung von Teerfarbstoffen in Lebensmitteln mit Dimethylformamid 206
Burden, J. C., siehe Epps, E. M.
Burger, K., siehe Schulek E.
Burstall, F. H., G. R. Davies, R. P. Linstead und R. A. Wells, Kaliumrhodizonat als Sprühreagens auf Metallverbindungen 381
Burstein, M., und A. Guinand, Titration von Heparin 318
Buscaróns, F., und J. Artigas, Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 442.
Buscaróns, F., und L. M. Munné, Nachweis und colorimetrische Bestimmung von Kobalt 443
Busch, D. H., siehe Krause, R. A.
Buzás, I., siehe Erdey, L.
Byrd, C. H., siehe Banks, Ch. V.

Calker, J. van, Einfluß von Magnesium auf die Zinkbestimmung in Aluminium 215
Cama, H. R., D. A. Malik und R. Nath, Elektrophorese der Erdnußproteine 396. — Siehe auch Balasundaram, S.
Campbell, I. G., siehe Budzyński, A. Z.
Cappell, R. J., siehe Rebertus, R. L.
Carpenter, T. M., R. C. Lee und A. E. Finnerty, Gasanalysegerät 390
Carson, R., Bestimmung von Thallium-, Eisen- und Kupferspuren in Cadmiummetall 213
Carter, D. V., und G. Sykes, Mikrobiologische Bestimmung von Quecksilberverbindungen in pharmazeutischen Produkten und kosmetischen Zubereitungen 307
Casida, J. E., siehe Plapp, F. W.
Casinovi, G. C., siehe Marini-Bettólo, G. B.
Cavallaro, L., C. Bighi, G. Pancaldi und G. Trabanelli, Polarographische Untersuchung von Polythionaten 150
Čavaňák, T., siehe Dušinský, G.
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.

Chamblin, V. C., siehe Jonassen, H. B.
Charlwood, P. A., und A. H. Gordon, Elektrophorese von Proteinen in einem Dichtegradienten 398
Chaudhuri, S. N., siehe Saha, K.
Chavanne, P., und C. Geronimi, Spektralphotometrische Bestimmung von Quecksilber mit Cadion 371
Chemikerausschuß beim Steinkohlenbergbauverein in Essen, Laboratoriumsvorschriften für den Steinkohlenbergbau 277 [L]
Chen, Ying-Mao, Trennung des UX_1 von Uran durch Anionenaustausch 133
Cheng, K. L., Mikrotitration von dreiwertigen Seltenen Erden 130
Cherry, R. H., G. M. Foley, C. O. Badgett, R. D. Eanes und H. R. Smith, Automatische Apparatur zum Nachweis von Nervengas 209
Chipault, J. R., siehe Labarrère, J. A.
Chirnside, R. C., siehe Timms, D. G.
Chopard-dit-Jean, L. H., siehe Simon, W.
Chovin, P., Literaturüberblick über die Gaschromatographie 427
Christensen, L. K., Bestimmung des proteingebundenen radioaktiven Jods 313
Chu, E. Ju-Hwa, siehe Chu, T. C.
Chu, T. C., und E. Ju-Hwa Chu, Bestimmung von Porphyrinen im Urin 319
Ciecierska, D., siehe Gorczyńska, K.
Cifonelli, J. A., und A. Dorfman, Nachweis und Bestimmung 3-substituierter Hexosamine 54
Cimerman, Ch., A. Alon und J. Marshall, Bestimmung von Calcium und Magnesium mit Eriochromschwarz T als Indicator 125. — Chelatometrische Bestimmung von Aluminium in Gegenwart von Eisen, Kupfer, Titan, Mangan, Calcium, Magnesium und Phosphat 129
Ciolan, D., siehe Todeasa, A.
Clark, jr., L. C., Platinelektrode zur Bestimmung des Sauerstoffpartialdruckes 310
Clark, R. T., Abtrennung von Glycerin aus Gemischen von Polyalkoholen 54. — Siehe auch Wood, D. F.
Clarke, E. G. C., Bestimmung von Solanin und Farbreaktionen anderer Alkaloide 72
Clarke, E. G. C., und M. Williams, Mikrobestimmung von Solanin 72
Clarke, jr., R. S., und F. Cuttitta, Photometrische Bestimmung von Thallium mit Dithizon 373
Clinch, J., Zusammensetzung des Thoriumkomplexes von Thoron 133
Close, R. A., siehe Belcher, R.
Cohn, M., Bestimmung von Sauerstoff-18 in Phosphaten 145
Cohn, M., und G. B. Drysdale, Bestimmung von Sauerstoff-18 in Phosphaten 145
Colarusso, R., siehe Schmall, M.
Coleman, E. J., siehe Dockum, N. L.
Collat, J. W., Polarographische Reduktion von Chinon 456
XV Congresso International de Quimica Pura e Aplicada. Lissabon 1956, Bd. I. 356 [L]
Constantinescu, D. G., und M. Bercovici, Photometrische Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber in verschiedenen Präparaten 61
Cook, M. H., siehe Free, H. M.
Cooney, P. M., siehe Frankel, E. N.
Cooper, J. R., siehe Friedman, P. J.
Cooper, W. C., und P. J. Mattern, Bestimmung von Kupfer und Zink 281
Core, A. C., und E. R. Kirch, Bestimmung von Hydroxyanthrachinonen 58
Cornish, F. W., Anwendung der chromatographischen Theorie auf analytische und präparative Trennungen 429
Correll, G. M., siehe Schweitzer, G. K.
Cosgrove, J. F., R. P. Bastian und G. H. Morrison, Bestimmung von Mikrogrammengen Chlor, Brom und Jod in Zinksulfidphosphoren 290
Cottone, M. A., siehe Witter, R. F.
Cowan, J. C., siehe Frankel, E. N.
Cox, J. J., siehe Irving, H.
Craig, B. M., und N. L. Murty, Gaschromatographische Trennung von gesättigten und ungesättigten Fettsäureestern aus Talg, Sojabohnenöl, Schweineschmalz und Heringsöl 455
Crane, M. G., siehe Adams, R.
Critchfield, F. E., und J. B. Johnson, Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 52
Crittenden, A. L., siehe Shain, I.
Crossley, J., und J. D. R. Thomas, Verhalten einiger Teerfarbstoffe für Lebensmittel bei der Trennung durch Papierelektrophorese 205

Crouthamel, C. E., R. Heinrich und C. Gatrousis, Analyse verbrauchter Brennelemente von Atomkernreaktoren 228
Crouthamel, C. E., und E. Turk, Analyse verbrauchter Brennelemente von Atomkernreaktoren 228
Csányi, L. J. und M. Szabó Bestimmung von Chlorat durch Reduktion mit arseniger Säure und Osmiumtetroxyd als Katalysator 439
Cséti, S., siehe Török, T.
Csonka E., siehe Miller V. L.
Cundiff, R. H., und P. C. Markunas, Titration von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen 451. — Siehe auch Sensabaugh, A. J.
Cuttitta, F., siehe Clarke, jr., R. S.
Czerepko, K., und L. Jaroszewicz, Nachweis von monomerem ε-Caprolactam im Caprolactam-Polymer 464
Czerepko, K., und H. Sikorska-Tomicka, Nachweis von ε-Caprolactam 464. — Siehe auch Procházka, J.

Dahmen, E. A. M. F., Bestimmung organischer Säuren nebeneinander 451
Damon, J. M. O., und M. G. Mellon, Spektralphotometrische Bestimmung von Germanium, Phosphor und Arsen in Form ihrer gelben 12-Molybdoanionen auf Filterpapier 140
Das, M. N., siehe Mallik, K. L.
Datta, J., siehe Bhattacharya, K. R.
Datta, S. K., Bestimmung von Thorium mit Azofarbstoffen 133
Daudel, P., Anwendung der Radioindicatorenmethode in der organischen Analyse 446
Davídek, J., und J. Fragner, Colorimetrische Bestimmung von Rutin und Quercitrin 233
Davidson, I. D., und P. Feigelson, Plating-Methode zur Bestimmung der Radioaktivität im Boden 286. — Siehe auch Nathan, D. G.
Davidson, S. P., siehe Mair, B. J.
Davies, G. R., siehe Burstall, F. H.
Davis, D. G. Polarographie von Metallen in Thiosulfatlösungen 35
Davis, W. W., siehe Parke, T. V.
De, A. K., und W. W. Meinke, Aktivierungsanalyse mit einer Antimon-Beryllium-Neutronenquelle 45
Dean, J. A., siehe Brooksbank, jr., W. A., sowie Menis, O.
Degalceva, T. I., siehe Krjukov, S. N.
Delga, J., siehe Pignard, P.
Delmotte-Plaquée, J., Bestimmung des Wirkungswertes von Papain nach verschiedenen Pharmacopöen 80
Dereň, J., J. Haber und J. Nedoma, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Kalksteinen und Dolomiten 283
Deshpande, M. M., siehe Kaufmann, H. P.
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Deyl, Z., siehe Pospíšil, J.
Diemair, W., und G. Weinberger, Bestimmung von Weinsäure im Wein 387
Dikstein, S., siehe Bergmann, F.
Dittmann, H., siehe Mohr, W.
Dobkin, G. B., und M. D. Glantz, Bestimmung der Plasmakatalase-Aktivität 79
Dobrowolski, J., und N. Wyszyński, Flammenphotometrische Natriumbestimmung 117
Dockum, N. L., E. J. Coleman und G. Vogt, Nachweis von Plutoniumablagerungen beim Menschen 308
Doerner, H., und W. Hoskins, Mitfällungserscheinungen an Oxalaten Seltener Erden 131
Doležal, J., und J. Novák, Polarographisches Verhalten von drei- und vierwertigem Cer in Alkalicarbonatlösungen 132
Doll, W., und H. Specker, Abtrennung von Eisen durch Extraktion 375
Donati, M., siehe Farina, M.
Dorfman, A., siehe Cifonelli, J. A.
Drysdale, G. B., siehe Cohn, M.
Dryssen, D., Abtrennung von Thorium-234 aus Uranylnitrat 367
Drzewiecka, E., siehe Wiewiórowski, M.
Ducci, H., und C. J. Watson, Bestimmung von Bilirubin 319
Duda, G. D., siehe Brown, R. H.
Duffield, W. D., Bestimmung von Spurenelementen in Getreide und Nahrungsmitteln 386
Dumont, C., und J.-R. Boissier, Papierchromatographisches Verhalten einiger das Zentralnervensystem beeinflussender Arzneistoffe 63
Duncan, G. D., siehe Ellis, G. H.
Duncan, J. L., siehe Anderson, D. M. W.
Dunn, M. S., siehe Rockland, L. B.
Durrum, E. L., siehe Williams, jr., F. G.
Duse, V., siehe Pancrazio, G.
Dušek, K., und S. Hudeček, Bestimmung von Formaldehyd 300

Dušinský, G., und T. Čavaňák, Bestimmung von Xanthopurinalkaloiden 69
Dutta, R. L., Gravimetrische Bestimmung von Silber 121
Duval, Cl., Thermowaage nach Chévenard 48

Eanes, R. D., siehe Cherry, R. H.
Ebel, J.-P., Analyse von Polyphosphaten 303
Eccleston, B. H., siehe Whisman, M. L.
Eckhard, S., siehe Graue, G.
Edman, P., Bestimmung von Aminosäuren 199
Edmondson, P. R., siehe Holman, R. T.
Egger, K., und W. Ensslin, Eine Chromatographierkammer mit einfacher thermischer Abschirmung 16 [Or]
von Eicken, S., Bestimmung von Nitrophenol und Parathion 316
Eisner, J., siehe Hillig, F.
Elbeih, I. I. M., und M. A. Abouelnaga, Titration von Uran mit Äthylendiamintetraessigsäure 134
Ellis, G. H., und G. D. Duncan, Bestimmung von Jod 311
Elofson, R. M., siehe Wood, J. C.
El-Sadr, M., siehe Barakat, M. Z.
Elving, P. J., und A. F. Krivis, Voltammetrische Studien mit einer Graphit-Indicatorelektrode 46. — Chronopotentiometrie an der Graphitelektrode 432
Emura, S., siehe Takahashi, T.
Endo, Y., Bestimmung von Eisen(III), Aluminium, Calcium und Magnesium neben Mangan(II) in basischen Schlacken 291
Ensslin, W., siehe Egger, K.
Epps, E. M., und J. C. Burden, Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 288
Erdey, L., I. Buzás und L. Pólos, Anwendung von Siloxen als Chemiluminescenz-Indicator in der Permanganometrie 187 [Or]. — Anwendung von Siloxen als Chemiluminescenz-Indicator in cerimetrischen und chromatometrischen Titrationen 263 [Or]. — Siehe auch Paulik, F.
Erkut, H., Papierelektrophoretische Trennung von Morphin, Apomorphin, Codein, Cocain, Narcein, Papaverin, Brucin und Strychnin 235
Esposito, G. G., und M. H. Swann, Bestimmung von Ketonen in Lacklösungsmitteln 301
Esser, K., siehe Terres, E.
Ettel, V., siehe Pospíšil, J.
Evans, C. D., siehe Frankel, E. N.
Eydt, K. M., siehe Robins, E.

Farag, A., siehe Korkisch, J.
Farina, M., M. Donati und M. Ragazzini, Analyse von Alkylaluminium-Verbindungen 50
Farr, A. L., siehe Lowry, O. H.
Farrar, L. G., P. F. Thomason und M. T. Kelley, Bestimmung von Uran und Kupfer in Brennmaterialien für Homogenreaktoren 227
Fougeras, G., siehe Paris, R.
Fauth, M. I., siehe Whitman, C. L.
Favier, Y., Infrarotabsorptionsspektren von 15 pflanzlichen Ölen 197
Favre, G., siehe Naves, Y.-R.
Feibush, A. M., K. Rowley und L. Gordon, Löslichkeitsprodukt von Yttriumoxalat 130. — Mitfällungserscheinungen in binären Systemen von Oxalaten der Seltenen Erden 131
Feigelson, P., siehe Davidson, I. D.
Feigl, F., und E. Jungreis, Nachweis von Phenylhydrazin und seinen Derivaten sowie von Arsensäure und ihren organischen Derivaten (Arsonsäuren) 455
Fergusson, N. L., Bestimmung von β-Naphthoxyessigsäure 57
Ferrari, G., und E. Marcon, Spektrophotometrische Bestimmung von 6-Chlor-7-sulfanil-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyd 64
Field, F. H., und S. H. Hastings, Bestimmung von Deuterium 48
Fillerup, D. L., und J. F. Mead, Chromatographie von Fettstoffen 393
Fine, M. M., Elektrolytische Abscheidung von Kobalt 444
Finkelstein, R., siehe Yofé, J.
Finnerty, A. E., siehe Carpenter, T. M.
Fischer, R., und S. Gharbo, Bestimmung von Strychnin und Brucin in Semen, Tinctura und Extractum Strychni 70
Fischer, R. B., und R. F. Babcock, Herstellung von Membranelektroden aus anorganischen Fällungsprodukten, speziell aus Bariumsulfat 433
Fisher, D., siehe Zall, D. M.
Flaschka, H., Formeln für komplexometrische Titrationen 367. — Ex-

traktion von Metallen zur Bestimmung 37. — Siehe auch Barnard, jr., A. J.
Flaschka, H., A. J. Barnard, jr. und W. C. Broad, ÄDTA-Titrationen 39
Følling, A., und S. Sydnes, Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure im Harn 396
Fogelson, I. J., siehe Lobstein, O. E.
Foley, G. M., siehe Cherry, R. H.
DeFord, D. D., und R. S. Braman, Rasche Bestimmung von Bor 127
Forsythe, J. H. W., R. J. Magee und C. L. Wilson, Trennung von Kobalt und Nickel 445
Foster, G. E., Analytische Chemie im Dienste der Pharmazie und Medizin 230
Fowles, G. W. A., siehe Brown, M. P.
Fox, E. J., und W. J. Geldard, Bestimmung von Harnstoff in phosphorsäurehaltigen Mischdüngemitteln 289
Fragner, J., siehe Davídek, J.
Franc, J., Bestimmung von Nitroprodukten 303. — Bestimmung von p-Toluylsäuremethylester neben Terephthalsäuredimethylester 57. — Siehe auch Arient, J.
Franc, J., und J. Latinák, R_f-Werte von Nitroprodukten 303
Francis, J. E., P. R. Bell und C. C. Harris, Analysator für Isotope 310
Frankel, E. N., P. M. Cooney, C. D. Evans und J. C. Cowan, Bestimmung von Tocopherol 389
Frankel, E. N., C. D. Evans und J. C. Cowan, Bestimmung von Tocopherol in oxydierten Fetten 389
Franks, F., Papierchromatographische Trennung höherer Fettsäuren 453
Franzke, C., siehe Täufel, K.
Fratkina, G. P., Bestimmung von Aluminium und Titan in Niederdruckpolyäthylen 299
Free, A. H., siehe Free, H. M.
Free, H. M., R. R. Smeby, M. H. Cook und A. H. Free, Nachweis von Ketonkörpern in Urin und Serumproben 314
Freese, F., siehe v. Tongeren, W.
Freier, R., Kesselspeisewasser, 1. Aufl. 207 [L]
Frercks, W., und D. Puffe, Stoffgruppenanalyse an Moorböden und Sandmischkulturen 287
Fresenius, W., und G. Jander, Handbuch der analytischen Chemie. 3. Teil; Bd. Vb, Bd. VIb, α 355 [L]
Friedman, P. J., und J. R. Cooper, Bestimmung von Chloralhydrat, Trichloressigsäure und Trichloräthanol 53
Friedman, S., Bestimmung von Carnitin neben Cholin und Betain in biologischem Material 395
Frisell, W. R., und C. G. Mackenzie, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Fritz, J. S., M. J. Richard und W. J. Lane, Quantitative photometrische Bestimmung der Seltenen Erden 131
Fritz, J. S., und G. R. Umbreit, Ionenaustauschverfahren zur Trennung von Metallionen 428
Fritz, J. S., und S. S. Yamamura, Bestimmung von Sulfat 228
Frumina, N. S., Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) neben Hexacyanoferrat(II) 443
Fuchs, E., Anwendungsgebiet der Elektronenmikroskopie und der Elektronenbeugung 425
Fuchs, W., und G. Addicks, Identifizierung freier und als Ester gebundener Wachssäuren 454
Fujinaga, T., siehe Ishibashi, M.
Fulton, Ch. C., Nachweis von Colchicin 235
Funt, B. L., Suspensionsmethode zur Bestimmung der Radioaktivität 287. — Bestimmung der Aktivität von Kohlenstoff-14-Bariumcarbonat 45
Furman, N. H., siehe Voorhies, J. D.
Furter, M., und R. E. Meyer, Bestimmung von Vitamin E 204
Futscher, N., siehe Krebs, K. G.

Galateanu, I., siehe Braun, T.
Gapčenko, M. V., Titration von Triphenylmethanfarbstoffen 59
Gardell, S., siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Gardner, R. D., siehe Willard, H. H.
Garn, P. D., und H. M. Gilroy, Bestimmung von Maleinsäuregruppen in Polyestern 298
Garner, M. Q., siehe Zall, D. M.
Garschagen, H., W. Kimpel und J. Weise, siehe Fresenius, W., und G. Jander, Handbuch der analytischen Chemie 355 [L]
Gassmann, B., und A. Scheunert, Bestimmung von N_1-Methyl-2-pyridon-5-carbonsäureamid 76
Gassmann, B., und K. Täufel, Bestimmung des Antipellagra-Vitamins in Lebensmitteln 202
Gast, J. A., und T. G. Thompson, Bestimmung des Boratgehaltes und der Alkalität des Meerwassers 211

Gatrousis, C., siehe Crouthamel, C. E.
Gebauer, H., siehe Bährecke, G.
Geever, J. E., siehe Anthony, P. Z.
Geldard, W. J., siehe Fox, E. J.
van Gent, C. M., siehe Böttcher, C. J. F.
Geronimi, C., siehe Chavanne, P.
Gharbo, S., siehe Fischer, R.
Gil-av, E., J. Herling und J. Shabtai, Gaschromatographische Auftrennung von Methylencyclohexan und der isomeren Methylcyclohexene 457. — Siehe auch Pinchas, S.
Gill, H. H., R. F. Rolf und G. W. Armstrong, Bestimmung von Uran mit 1-(2-Pyridylazo)-naphthol 135
Gilliam, W. F., siehe Rochow, E. G.
Gilroy, H. M., siehe Garn, P. D.
Glantz, M. D., siehe Dobkin, G. B.
Glazunova, Z. I., siehe Korenman, I. M.
Glemser, O., und G. Rieck, Trennung von Chlorophyll a und b 457
Glick, D., Methods of Biochemical Analysis, Bd. VI 305 [L]
Glocker, R., Materialprüfung mit Röntgenstrahlen unter besonderer Berücksichtigung der Röntgenmetallkunde 206 [L]
Gloor, U., siehe Wiss, O.
Gmelin, Handbuch der anorganischen Chemie, 8. Aufl. System-Nr. 5 (Fluor, Erg.-Bd.) 369 [L]
Gnauer, H., siehe Woidich, K.
Göhring, E., siehe Wunderlich, E.
Goldberg, M. E., und G. V. Rossi, Bestimmung von Lysozym im tierischen Magensaft 77
Goldinov, A. L., V. I. Luchovickij, A. M. Gorovic und B. S. Roginskaja, Bestimmung von Fluor in Kobalt-, Mangan- und Antimonfluoriden 437
Goldsby, R., siehe Shaw, E. I.
Goldstein, D., und C. Stark-Mayer, Spezifischer Nachweis für Calcium 123
Goldstein, G., siehe Menis, O.
Golovaty, R. N., Trennung drei- und vierwertiger von zweiwertigen Metallen durch Ionenaustausch 429
Gomiščck, S., siehe Malissa, H.
Gorbach, G., und W. Vaupotitsch, Bestimmung von Weinsäure in Wein 387
Gorbach, S., siehe Bock, R.
Gorczyńska, K., D. Ciecierska und H. Walędziak, Bestimmung von Kupferspuren im Reaktorgraphit 229
Gordon, A. H., siehe Charlwood, P. A.
Gordon, Ch. L., siehe Helwig, H. L.
Gordon, L., siehe Feibush, A. M., sowie Klein, D. H.
Gorovic, A. M., siehe Goldinov, A. L.
Gottfried, J., Bestimmung von Titan und Eisen in titanhaltigen Tonen aus Braunkohlenlagerstätten 285
Grahame, D. C., Analytische Anwendungen von Messungen der elektrischen Doppelschicht 433
Granger, C. O., Bestimmung von Molybdän in Uran, Molybdän-Uran- und Molybdän-Niob-Gemischen 218
Grau, R., und R. Hamm, Bestimmung des Wasserbindungsvermögens von Fleisch 388
Graue, G., S. Eckhard und R. Marotz, Vorteile übergroßer Spektralgeräte und die Anwendung bei der Untersuchung von Eisen und Stahl 222
Greiling, H., Bestimmung der Aktivität von Bakterienhyaluronidase 160
Grigull, U., siehe Mohr, W.
Gröschner, E., O. Hamann und M. Scharnbeck, Bestimmung des Wasserbindungsvermögens von Fleisch 388
Grosse, A. V., und J. M. Mavity, Analyse von Alkylaluminiumverbindungen 51
Groszek, H., siehe Hubicki, W.
Günter, B., siehe Kehl, R.
Guenther, F. O., Bestimmung von Silanol 449
Guinand, A., siehe Burstein, M.
Győrbiró, K., R. Szegedi und I. Miklós, Bestimmung von Kupfer, Wismut und Blei in reinstem Zink 213

Haas, W., siehe Musil, A.
Haber, J., siehe Dereń, J.
Hadjioannou, T. P., siehe Malmstadt, H. V.
Hadorn, H. J., und D. Visser, Bestimmung von Sorbinsäure 201
Hänni, H., Bestimmung von Kupfer und Eisen in Stärke und Stärkesirupen 198
Hager, L. P., siehe Williams, F. R.
Hagino, Y., siehe Hashizume, G.
Haidar, G. A., siehe White, D.
Hainberger, L., siehe Kainz, G.
Halfter, G., Verfahren zur praktischen Auswertung von Chromatogrammen mit Hilfe von Diapositiven 404 [Or]
Hall, R. H., und H. L. Lovell, Bestimmung von Arsen in Anthrazit-Kohlenaschen 295
Haller, H. L., siehe Schechter, M. S.

Ham, T. H., Nachweis von Ketonkörpern 314.
Hamaguchi, H., und T. Kawashima, Mitfällung von Kobalt(II) bei der Ausfällung von Zinksulfid 444
Hamaguchi, H., R. Kuroda und R. Negishi, Analyse von Wolfram-Hartmetallen 221
Hamann, O., siehe Gröschner, E.
Hamdy, M., siehe Issa, I. M.
Hamilton, L. H., Bestimmung von Evans Blau bei Hämolyse und Trübung 390
Hamm, R., siehe Grau, R.
Handler, P., siehe Brown, R. H.
Hanes, C. S., und F. A. Isherwood, Papierchromatographische Analysenverfahren 303
Hannah, F. D. jr., siehe Stuckey, B. N.
Harford, E. F., siehe Morgan, W. A.
Harkiss, K. J., und G. J. Rigby, Trennung der wirksamen Glykoside aus Digitalis purpurea 67
Harlow, G. A., und D. B. Bruss, Potentiometrische Titration von Phenolen und Carboxylsäuren in nichtwäßrigen inerten Lösungsmitteln 384. — Siehe auch Bruss, D. B.
Harrell, T. G., siehe Laurene, A. H.
Harris, C. C., siehe Francis, J. E.
Harris, Ph. L., siehe Ames, S. R.
Harrison, S., und D. Harvey, Bestimmung von Schwefel 297
Harriz, C. G., siehe Bond, G. R. jr.
Hartkamp, H., Notiz zur photometrischen Bestimmung des Vanadiums mit Wasserstoffperoxyd. Ausnutzung des isosbestischen Punktes 339 [Or]. — Siehe auch Specker, H.
Hartsell, S. E., siehe Smolelis, A. N.
Harva, O., und O. Somersalo, Bestimmung von Öl in Raffinierabwasser 212
Harvey, D., siehe Harrison, S.
Hashizume, G., und Y. Hagino, Analyse von Anatas- und Rutilgemischen 281
Haslam, J., S. M. A. Whettem und G. Newlands, Bromatometrische Kresolbestimmung 458
Hastings, S. H., siehe Field, F. H.
Haupt, H., siehe Schönenberger, M.
Hauser, T. R., siehe Sawicki, E.
Hayden, K. J., Bestimmung von Thiamin mit 6-Aminothymol 388
Hayes, H., siehe Holman, R. T.
Hayes, R. A., siehe Schechter, M. S.
Headridge, J. B., Zusammenstellung über photometrische Titrationen 425
Hecht, F., siehe Ladenbauer, I.
Hegemann, F., und B. Pfab, Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium 117
Heicklin, L., siehe Witter, R. F.
Heilbronner, E., siehe Simon, W.
Heimann-Hollaender, E., siehe Ullmann, T. D.
Heine, jr., K. S., siehe Jones, J. H.
Heinrich, R., siehe Crouthamel, C. E.
Helf, S., siehe White, C. G.
Helwig, H. L., und Ch. L. Gordon, Kontinuierliche colorimetrische Bestimmung von Schwefeldioxyd in der Luft 208
Henly, A. A., und R. A. Saunders, Bestimmung von Calcium in biologischem Material 306
Hennart, C., und E. Merlin, Bestimmung von Dinatrium-calciumäthylendiamintetraacetat 62
Henry, R. A., siehe Jonassen, H. B.
Herbain, M., Titration von Heparin 318
den Herder, J. J., und J. A. C. van Pinxteren, Amperometrische Bestimmung von Fluorid in Trinkwasser 437
Herling, J., siehe Gil-av, E.
Herzog, A. H., und M. L. Nielsen, Unterscheidung von verschiedenen Phosphorsäurederivaten 145
Heyn, A. H. A., siehe Banerjee, G.
High, J. H., und P. J. Placito, Photometrische Schnellbestimmung von Spuren Eisen in Reinstwismut 221
Hiiro, K., siehe Ishibashi, M.
Hillig, F., Beurteilung der Verdorbenheit von Fischen 201. — Nachweis der Verderbnis von Fisch und Ei in Konserven 200
Hillig, F., L. R. Shelton jr., J. H. Loughrey und J. Eisner, Kennzahlen zur Beurteilung der Verdorbenheit von Fischen 200
Hirano, S., siehe Mizuike, A.
Hirn, C. F., siehe Lucchesi, C. A.
Hlad, jr., Ch. J., und R. Tanz, Bestimmung des Blutvolumens 391
Hniličková, M., siehe Sommer, L.
Hodgman, Ch. D., R. C. Weast und S. M. Selby, Handbook of Chemistry and Physics, 39. Aufl., 356 [L]
Högl, O., siehe Sulser, K.
Hoeke, F., siehe Onrust, H.
Höll, K., Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser, 2. Aufl. 207 [L]

Hoffmann, E., Mercurimetry in the Micro Quantitative Analysis of Iodides, Cyanides and Sulphides in Solution and of Hydrocyanic Acid and Hydrogen Sulphide in Gases 258 [Or]
Hoffnagle, G. F., C. N. Sideri und A. Osol, Papierchromatographisches Verhalten von ^{131}J-markiertem Jodpropylidenglycerin 62
Hojnacka, A., siehe Młodecka, J.
Holbrook, A., Bestimmung von Kalium-Penicillin, Procain-Penicillin und Benzathin-Penicillin 237
Hollander, J. M., I. Perlmann und G. T. Seaborg, Neutronenaktivierungsanalyse von Aluminiumlegierungen 214
Holleman-Wiberg, Lehrbuch der anorganischen Chemie, 40.—46. Aufl., 370 [L]
Hollingshead, R. G. W., Untersuchung über die analytisch-chemischen Eigenschaften von Oxinderivaten 42
Holloway, J. E., siehe Adams, R.
Holman, R. T., siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Holman, R. T., und H. Hayes, Bestimmung von polyungesättigten Säuren in Lipoiden des Plasmas und der Gewebe 74
Holman, R. T., H. Hayes und P. R. Edmondson, siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Holman, W. J. M., und D. J. (de) Lange, Bestimmung von N_1-Methyl-2-pyridon-5-carbonsäureamid 76
Holthaus, J. M., siehe Humoller, F. L.
Holtz, F., G. Pfennigsdorf und W. Ponsold, Bestimmung von Vitamin D 204
Holzbecher, Z., Titrimetrische Bestimmung von Aluminium und Zink in Legierungen 216
Hoppe, H., siehe Täufel, K.
Horner, L., und W. Kirmse, Chromatographie von Carbonylverbindungen 449
Horowitz, M. I., und C. P. Schaffner, Papier- und Säulenchromatographie der Streptothricin-Antibiotica 73
Horrocks, D. L., und M. H. Studier, Bestimmung von Plutonium-241 in Plutoniumproben 139
Horton, Ch. A., und J. C. White, Colorimetrische Bestimmung von Uran(VI) 135
Hoskins, W., siehe Doerner, H.
Howorka, K., Bestimmung von Nicotinsäure in pharmazeutischen Präparaten 65
Hrabě, Z., siehe Palo, V.
Hubicki, W., und H. Groszek, Potentiometrische Titration von $AgNO_3$ mit Na_2S-Lösung in Diversscher Flüssigkeit 121
Hubicki, W., und J. Matysik, Polarographische Bestimmung von Jodat in flüssigem Ammoniumnitrat-Ammoniakat 440
Hudeček, S., siehe Beranová, D., sowie Dušek, K.
Huffman, E. W. D., siehe Steyermark, A.
Hughes, W., und H. Smith, Analyse von Anatas- und Rutilgemischen 281
Hughes, W. E., siehe Perkins, F. M.
Hull, C. J., siehe Wagner, W.
Hultman, E., Bestimmung von Aldosacchariden in Körperflüssigkeiten 400
Humoller, F. L., F. A. Majka, A. J. Barak, J. D. Stevens und J. M. Holthaus, Bestimmung der Plasmaaminoxydaseaktivität 160
Humphrey, M. J., siehe Barker, S. B.
Hunt, E. C., A. A. North und R. A. Wells, Papierchromatographische Trennung von Niob und Tantal 293
Hunt, E. C., und R. A. Wells, Bestimmung von Tantal und Niob 293
Huo-Ping Pan, siehe Pan, Huo-Ping
Hyde, E. K., Extraktion von Plutoniumisotopen 138

Ievinš, A. F., siehe Bankovskij, Ju. A.
Ikegami, T., und Ô. Kammori, Schnellbestimmung der einzelnen Komponenten von nichtmetallischen Einschlüssen im Stahl 225
Ikegami, T., Ô. Kammori und T. Jitsumatsu, Bestimmung kleiner Mengen Magnesium in Gußeisen 223.
Illing, E. T., und W. H. Stephenson, Bestimmung von DDT 294
XV. Internationaler Kongreß f. Reine und Angewandte Chemie, Lissabon 1956, Bd. I. 356 [L]
Irving, H., und J. J. Cox, Darstellung metallfreier Salzsäure und Ammoniaklösung 42
Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.
Ishibashi, M., und T. Fujinaga, Chronopotentiometrische Untersuchungen 432
Ishibashi, M., T. Shigematsu und S. Shibata, Herstellung, Titerstellung und Stabilität von Mangan(III)-pyrophosphatlösungen 42. — Titration von Hydrochinon mit Mangan(III)-pyrophosphat 55

Ishibashi, M., Y. Yamamoto und K. Hiiro, Bestimmung von Blei in perchlorsaurer Lösung 141
Issa, I. M., und M. Hamdy, Oxidation of Sulphides with Alkaline Potassium Permanganate 334 [Or]
Ivankova, A. I., siehe Ščerbov, D. P.
Ivonina, O. M., siehe Pšenicyn, N. K.

Jakovljevic, M., Spektrophotometrische Bestimmung von Vitamin A 157
James, A. T., siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
James, A. T., und J. W. P. Webb siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Jander, G., siehe Fresenius, W.
Janjić, T., siehe Stefanović, G.
Jansa, J., siehe Procházka, J.
Jaroszewicz, K., Anwendung wäßriger Permanganatlösung als Filter für die flammenphotometrische Bestimmung von Kalium in Blutplasma 391
Jaroszewicz, L., siehe Czerepko, K.
Jerstedt, S., siehe Porath, J.
Jitsumatsu, T., siehe Ikegami, T.
Johnsen, S. E., siehe Roberts, R. H.
Johnson, C. A., und C. J. Lloyd, Bestimmung von Morphin in galenischen Präparaten 234
Johnson, C. A., und R. A. Savidge, Farbreaktion zwischen 4-Aminophenazon und Phenolen in Gegenwart von Kaliumhexacyanoferrat 233
Johnson, H. W., und F. H. Stross, Zusammenstellung der in der Gaschromatographie gebräuchlichen Definitionen 359
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F. E.
Johnson, J. F., siehe Porter, R. S.
Jolley, E. L., siehe Steyermark, A.
Jonassen, H. B., V. C. Chamblin, V. L. Wagner jr. und R. A. Henry, Bestimmung von Kupfer und Nickel 120
Jones, J. H., und C. D. Ritchie, Sammeln von gaschromatographischen Fraktionen 427
Jones, J. H., C. D. Ritchie und K. S. Heine, jr., Gaschromatographische Untersuchung aromatischer Amino- und Nitroverbindungen 448
Jones, S. W., siehe Wilkie, J. B.
DeJong, R. N., siehe Tourtellotte, W. W.
Joslyn, M. A., siehe Smit, C. J. B.
Jovtscheff, A., siehe Rankoff, G.
Ju-Hwa Chu, E., siehe Chu, T. C.
Jungreis, E., siehe Feigl, F.

Kadič, K., Polarographisches Gefäß für Serienanalysen 434
Kainz, G., und L. Hainberger, Automatisierung der Stickstoffbestimmung nach Pregl 27 [Or]. — Über die Verwendbarkeit verschiedener Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung 406 [Or]
Kaiser, R., Thermochromatographie über Einschlußverfahren 426
Kaltofen, R., I. Pagels, K. Schumann und J. Ziemann, Tabellenbuch Chemie 208 [L]
Kalvoda, R., Oscillopolarographie zur quantitativen Bestimmung einiger Metalle 35
van de Kamer, J. H., Saccharidbestimmung 54
Kaminskaja, N. P., siehe Bujanov, N.
Kammori, O., siehe Ikegami, T.
Kamp, W., Bestimmung von Barbituraten mit Ionenaustauschern 62
Kaplan, D., und I. Schnerb, Bestimmung von Bromiden in biologischen Flüssigkeiten 310
Karjala, S. A., Unterdrückung elektroendosmotischer Effekte bei der Elektrophorese von Serumproteinen in Gelen 397
Kaškovskaja, E. A., und I. S. Mustafin, Reaktion von Aluminium mit Alberon 128
Kaufmann, H. P., Trennung von Fettsäuren 453
Kaufmann, H. P., und J. Budwig, Papierchromatographische Trennung von Fettsäuren 382
Kaufmann, H. P., und M. M. Deshpande, Papierchromato-polarographische Analyse der Fettsäuren 453
Kaufmann, H. P., und W. Nitsch, Trennung von Fettsäuren 453
Kaufmann, H. P., und H. Schnurbusch, Papierchromatographische Analyse von Fettsäuregemischen 452
Kaufmann, H. P., J. G. Thieme und R. Scholz, Bestimmung des Anilinpunktes in Fetten 155
Kawashima, T., siehe Hamaguchi, H.
Keddy, R. J., siehe Strasheim, A.
Kehl, R., und B. Günter, Bestimmung von Porphyrinen 400
Keler-Bačoka, M., Z. Pučar und M. Petek, Zweidimensionale elektrochromatographische Trennung von Eiweißen, Fetten und Kohlenhydraten in Humanserum 397. — Siehe auch Pučar, Z.
Kelley, M. T., siehe Farrar, L. G.

Kellner, H., siehe Schönenberger, M.
Kel'man, F. N., Schnellbestimmung von Selen in Materialien der Schwefelsäurefabrikation 293
Kempf, W., siehe Tegge, G.
Kendall, E. C., und A. E. Osterberg, Farbreaktionen jodierter Derivate von Tyrosin und Thyronin 239
Keppler, J. G., siehe van Beers, G. J., sowie Böttcher, C. J. F.
Kertes, A. S., und A. Beck, Trennung von Metallnitraten mit dem System Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser 430
Kertes, A. S., und A. H. I. Ben-Bassat, Verhalten von Metallnitraten in der Papierchromatographie 430
Keulemans, A. I. M., A. Kwantes und G. W. A. Rijnders, Gas-Flüssigkeits-Chromatographie 459
Khalifa, H., und A. Soliman, Back Titration with Mercuric Nitrate in Alkaline Medium. Estimation of Small Amounts of Bismuth and Analysis of its Binary Mixtures with Some Other Metals 109 [Or]
Kiba, T., I. Akaza und N. Sugishata, Bestimmung von Sulfat durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff 151
Kiba, T., T. Takagi, Y. Yoshimura und I. Kishi, Bestimmung von Sulfat durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff 151
Kimpel, W., siehe Garschagen, H.
Kimura, Y., siehe Nagai, Y.
Kinnunen, J., und B. Wennerstrand, Bestimmung von Zinn und Blei 219
Kirch, E. R., siehe Core, A. C.
Kirmse, W., siehe Horner, L.
Kirsten, W. J., Heutiger Stand der organischen Mikroanalyse 378
Kishi, I., siehe Kiba, T.
Kiss, A., und Almássy, Gy., Extraktion von Uran mit Tributylphosphat und Bestimmung mit Morin 136
Kitagawa, H., und N. Shibata, Bestimmung kleiner Mengen von Vanadium 146. — Oxydation von Chrom 153
Kitagawa, M., und A. Takani, Bestimmung von Aminohydroxysäuren 53
Kleeberg, J., siehe Ullmann, T. D.
Klein, B., siehe Weissman, M.
Klein, D. H., und L. Gordon, Bedeutung der Kristallkeimbildung bei der Darstellung analytisch wichtiger Verbindungen 38
Kneli, O. L., siehe Wilkie, J. B.
Kling, R., Bestimmung von Sulfat in Anwesenheit von Chrom(III)-ionen 375
Klingman, D. W., siehe Banks, Ch. V.
Klinkhammer, F., Nachweisreagens zur papierchromatographischen Untersuchung von Phenolen 383
Knight, H. S., Ursachen unsymmetrischer Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360
Knobler, Y., und M. Weiss, Colorimetrische Bestimmung von Aminohydroxysäuren 53
Knypl, J. S., siehe Antoszewski, R.
Kobayashi, Y., Schnellbestimmung von Chromat 153
Koch, O. G., siehe Meyer, S.
Kocialkowski, Z., siehe Przybylska, J.
Koehler, A. E., siehe Sansum, W. D.
Körös, E., und I. Poczók, Anwendung von 1,2-Diaminocyclohexantetraacetat in der Komplexometrie 368
Kohla, K., Potentiometrische Bestimmung von Vitamin C 203
Kolin, A., siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
van Kolmeschate, G. J., siehe Fresenius, W., und G. Jander, Handbuch der analytischen Chemie 355 [L]
Kolor, M. G., siehe Roberts, H. R.
Kolthoff, I. M., und F. A. Bovey, Amperometrische Bestimmung von Styrol 458
Kołyga, S., siehe Minczewski, J.
Koman, V., und V. Palo, papierchromatographische Apparatur 453. — Siehe auch Palo, V.
Konkin, V. D., Bestimmung von Calcium in Agglomeraten, Kalkstein, Dolomit und Schlacken 284
Konrath, H. J., siehe Timms, D. G.
van Kooten, E. H., siehe Waterbury, G. R.
Korenman, I. M., und Z. I. Glazunova, Mitfällung von Zink mit Metallpyridinkomplexen 126
Korkes, S., siehe Brown, R. H.
Korkisch, J., und A. Farag, Photometrische Bestimmung von Titan 142. — Trennung von Vanadium, Molybdän und Wolfram 148.
Korolev, V. V., und E. E. Vainštein, Spektralanalyse von Silicaten 278
Koski, M., siehe Oja, O.
Kovacs, A., siehe Todeasa, A.
Kovalenko, V. D., Spektralanalyse von Kupfer-Manganlegierungen 213
Kováts, E., Gaschromatographische Charakterisierung von organischen Verbindungen 362. — Siehe auch Simon, W.

Kozeschkow, J. A., siehe Nesmejanow, A. N.
Krajina, A., siehe Novák, V.
Krakau, G., und H. Schneider, Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45
Kramer, B., und F. F. Tisdall, Fällung von Kalium 444
Krause, R. A., und D. H. Busch, Bestimmung von Thiosulfat, Tri-, Tetra- und Pentathionat durch Oxydation zu Sulfat 150
Krauss, W., siehe Brüggemann, J.
Krebs, K. G., und N. Futscher, Einfluß der Zersetzungsprodukte des Reserpins auf dessen Bestimmung und die papierchromatographische Auftrennung dieser Zersetzungsprodukte 236
Kreis, K., siehe Berther, C.
Kremer, V. A., siehe Andreasov, L. M.
Kremkus, F., siehe Rauterberg, E.
Křepelka, J. H., K. Vetejška und J. Mazáček, Trennung des Eisens von Seltenen Erden 376
Kreuzer, F., und C. G. Nessler jr., Bestimmung des Sauerstoffpartialdruckes des Blutes in vivo 310
Krivis, A. F., siehe Elving, P. J.
Krjukov, S. N., B. S. Bokštejn, T. I. Degalceva und A. A. Zuchovicki, Analyse komplizierter Systeme durch β-Reflexstrahlung 37
Krogh, A., Gasanalysegerät 390
Kromrey, W., Quantitative Sedimentationsanalyse 369
Krouskop, N. C., siehe Mair, B. J.
Kroužek, E., und P. Povondra, Quecksilberbestimmung in Erzen mit kleinem Quecksilbergehalt 278
Krugers Dagneaux, E. L., und A. J. Weide, Isolierung von wasserlöslichen Farbstoffen aus Lebensmitteln 155
Krull, L., siehe Becker, E.
Kruty, M., und Mitarb., Analyse von Glyceriden und Glycerin 55
Kučera, M., Bestimmung von Rutin und Hypericin in Herba Hyperici 67
Kuchtner, M., siehe Specker, H.
Kuck, J. A., siehe Steyermark, A.
Kuhn, V., Komplexometrische Bestimmung von Calcium und Magnesium nebeneinander in Hochofenschlacken und feuerfestem Material 291
Kum-Tatt, L., R. A. Rockerbie und L. Levi, Bestimmung von Narcotin neben Papaverin 233
Kuroda, K., siehe Prouty, R. W.
Kuroda, R., siehe Hamaguchi, H.
Kurtenacker, A., und J. Wagner, Bestimmung von Hydrazin 144
Kuznecov, V. I., Rationelle Auswahl analytischer Methoden 37
Kwantes, A., siehe Keulemans, A. I. M.

Labarrère, J. A., J. R. Chipault und W. O. Lundberg, Analytische Kennzahlen der Cholesterinester von höheren Fettsäuren 454
Łada, Z., und I. Pacewska-Szlemińska, Bestimmung von Aluminium und Eisen 375
Ladenbauer, I., und F. Hecht, Papierchromatographische Bestimmung verschiedener Molybdoanionen 140
Lakota, V., Chromatographische Bestimmung von Phenol in technischem o-Kresol 460
Lambert, J. L., siehe Yasuda, S. K.
Lane, W. J., siehe Fritz, J. S.
Lang, C. A., Bestimmung von Stickstoff in kleinen Mengen nach Kjeldahl 49
(de)Lange, D. J., siehe Holman, W. J. M.
Lasiewicz, K., und H. Zawadzka, Bestimmung von Blei, Kupfer und Zink in Pyriten, Markasiten und Kiesabbränden 281
Latinák, J., siehe Franc, J.
Laurene, A. H., und T. G. Harrell, Bestimmung von Nicotin in Tabakrauch 304
Leddicotte, G. W., und S. A. Reynolds, Neutronenaktivierungsanalyse von Aluminiumlegierungen 214. — Siehe auch Brooksbank, jr., W. A.
Ledig, M., J. D. Weill und P. Mandel, Trennung, Dosierung und Untersuchung der Radioaktivität der Ribonucleotide ohne vorherige Reinigung der Ribonucleinsäuren 76. — Siehe auch Mandel, P., sowie Weill, J. D.
Lee, R. C., siehe Carpenter, T. M.
Lein, A., und N. Schwartz, Bestimmung von Jodid 312
Leman, P., Bestimmung der Äthylendiamintetraessigsäure in alkalischen Reinigungsmitteln und Detergentien 301
Leśniak, J., siehe Wnękowska, L.
Levi, L., siehe Kum-Tatt, L.
Levy, H. B., siehe Webb, J. M.
Lew, M. S., siehe Bubernak, J.
Lewis, W. R., F. W. Quackenbush und T. DeVries, Bestimmung von Hydroperoxyden in Kraftstoffen 462

Lialikov, Ju. S., siehe Novik, R. M.
Licht, T. S., siehe Stern, M.
Liederman, D., J. E. Bowen und O. I. Milner, Mikrobestimmung von Arsen in Petroleumfraktionen und Katalysatoren 463
Lillis, D., siehe Miller, V. L.
Lindemann, E., Bestimmung von Kupfer und Eisen in Stärke und Stärkesirupen 198
Lindner, E. B., siehe Porath, J.
Lingane, J. J., Electroanalytical Chemistry 357 [L]. — Grundlagen der Coulometrie 433. — Titration von Gold mit Chlorokupfer(I)-ionen 122
Linke, E., Bestimmung von Benzol in anderen Lösungsmitteln 231
Linstaed, R. P., siehe Burstall, F. H.
Lišková, O., siehe Parrák, V.
Lloyd, C. J., siehe Johnson, C. A.
Lobstein, O. E., und I. J. Fogelson, Bestimmung von Lysozym im Magensaft 77
Loughrey, J. H., siehe Hillig, F.
Lovell, H. L., siehe Hall, R. H.
Loven, J. A., siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Lowry, O. H., N. J. Rosenbrough, A. L. Farr und R. J. Randall, Bestimmung von Eiweiß 394. — Elektrophoretische Trennung von Proteinen in Gelen 397. — Siehe auch Albers, W., sowie Robins, E.
Lucchesi, C. A., und C. F. Hirn, Metallgehalt von Siccativen 296
Lucena-Conde, F., und I. Sánchez Bellido, Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 442
Lučenko, A. V., und N. N. Sorokina, Untersuchung von binären Legierungen 227
Luchovickij, V. I., siehe Goldinov, A. L.
Lüdy F., siehe Rosenthaler, L.
Lukton, A., siehe Smit, C. J. B.
Lundberg, W. O., siehe Labarrère, J. A.

McCaman, R. E., siehe Robins, E.
McFarren, E. F., Nachweis von Tryptophan 239
MacGee, J., F. H. Mattson und L. W. Beck, siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Macheboeuf, M., siehe Munier, R.
Machovičová, F., siehe Parrák, V.
Mackenzie, C. G., siehe Frisell, W. R.
McKeown, G. G., siehe Mark, E.
McOmie, J. F. W., siehe Pollard, F. H.
Madhavan Nair, A. P., siehe Santhanam, K. S. V.
Madison, J. J., Analyse permanenter und kondensierbarer Gase mit Hilfe der Gaschromatographie 428
Magee, R. J., R. D. Reid und C. L. Wilson, Disproportionierung von Rhenium(V) 153. — Siehe auch Forsythe, J. H. W., sowie Scott, I. A. P. und Spitzy, H.
Mahlmann, H. A., siehe Brooksbank, jr., W. A.
Mair, B. J., S. P. Davidson, N. C. Krouskop und F. D. Rossini, Untersuchung von Erdöl und Erdölprodukten 461. — Siehe auch Rossini, F. D.
Majka, F. A., siehe Humoller, F. L.
Majumdar, A. K., und M. M. Chakrabartty, Bestimmung von Palladium mit Bismuthiol II 377
Majumdar, A. K., und A. K. Mukherjee, Papierchromatographische Trennung von zahlreichen Kationen und Anionen 362
Majumdar, A. K., und J. B. Ray Chowdhury, Gravimetrische Bestimmung von Uran mit Kupferron 134
Malik, D. A., siehe Balasundaram, S., sowie Cama, H. R.
Malinek, M., Bestimmung von Germanium in Teeraschen 293
Malissa, H., Mikrobestimmung von Niob und Trennung von Niob und Tantal 149
Malissa, H., und S. Gomišček, Beiträge zur Extraktion von Metallcarbaminaten aus stark sauren Lösungen 401 [Or]
Malissa, H., und E. Schöffmann, Trennung von Niob und Tantal 149
Mallik, K. L., und M. N. Das, Bestimmung von Methacrylsäureestern 383
Malmstadt, H. V., und T. P. Hadjioannou, Bestimmung von Calcium und Magnesium in Dolomit und Kalkstein 283
Mandel, P., J. D. Weill und M. Ledig, Bestimmung der Radioaktivität von Ribonucleotiden 76. — Siehe auch Ledig, M., sowie Weill, J. D.
Mangan, jr., G. F., und J. W. Mason, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin in Menschen-, Affen- und Hundeblutplasma 79
Manning, D. L., siehe Menis, O.
Marcon, E., siehe Ferrari, G.
Marcu, Gh., siehe Ripan, R.
Marinetti, G. V., R. F. Witter und E. Stotz, Papierchromatographische Untersuchung von Phosphatiden 395.

— Siehe auch Rouser, G., sowie Witter, R. F.
Marini-Bettòlo, G. B., und G. C. Casinovi, Trennung von quaternären Curare-Alkaloiden in Rinden und Wurzeln von Strychnos-Arten 234
Marion, F., Apparatur zur Bestimmung des gebundenen Kohlenstoffs in Gußeisen 222. — Bestimmung von metallischen Eisen, freiem und gebundenem Kohlenstoff in Gußeisen 222
Mark, E., und G. G. McKeown, Isolierung öllöslicher Teerfarbstoffe aus Lebensmitteln 206
Markle, G. E., siehe Wagner, W.
Markunas, P. C., siehe Cundiff, R. H., sowie Sensabaugh, A. J.
Maros, L., siehe Schulek, E.
Marotz, R., siehe Graue, G.
DeMars, R. D., siehe Ross, J. W.
Marsh, M. M., siehe Brown, J. A.
Martin, H., und J. Stedefeder, Titrimetrische Bestimmung von zweiwertigem neben dreiwertigem Titan in Normaldruckpolyäthylen-Polymerisatoren 299
Martin, J. T., und R. F. Batt, Bestimmung von DDT in pflanzlichem Material und in Bodenproben 294
Martin, J. V., siehe Pollard, F. H.
Martin, K. J., und I. Shain, Differential-Voltammetrie an der hängenden Quecksilbertropfelektrode 36
Martinek, A., siehe Brandstätter-Kuhnert, M.
Marzys, A. E. O., Bestimmung von Tantal und Niob 293
Mashall, J., siehe Cimerman, Ch.
Mason, J. W., siehe Mangan, jr., G. F.
Matlack, G. M., J. W. T. Meadows und G. B. Nelson, Darstellung von Eichproben kleiner Strahlungsenergie 358. — Siehe auch Bubernak, J.
Matrka, M., und Z. Ságner, Titration von Triphenylmethanfarbstoffen 59
Matrka, M., B. Smetana und Z. Ságner, Bürette für reduktometrische Titrationen 47
Matsubara, M., Bestimmung von Phosphorsäure in Düngemitteln 288
Matsumae, T., siehe Shibata, S.
Matsuo, T., Bestimmung von Aluminium und Eisen(III) 129
Mattern, P. J., siehe Cooper, W. C.
Mattson, F. H., siehe MacGee, J.
Matveev, L. O., siehe Mustafin, I. S.
Matveeva-Kudaševa, A. N., siehe Bobrova, M. I.
Matysik, J., siehe Hubicki, W.
Mavity, J. M., siehe Grosse, A. V.
Maxim, I., siehe Braun, T.
Mazáček, J., siehe Křepelka, J. H.
Mead, J. F., siehe Fillerup, D. L.
Meadows, J. W. T., siehe Matlack, G. M.
Mebius, L. J., Bestimmung von Cellulose und Kohleresten in städtischem Müllkompost 303
Mechelynck, Ph., und W. Schietecatte, Amperometrische Titration von Äthylendiamintetraessigsäure mit Zink 40
Megregian, S., spektrophotometrische Fluorbestimmung 438
Mehlenbacher, V. C., siehe Pohle, W. D.
Meinke, W. W., siehe De, A. K.
Meister, A., siehe Aspen, A. J.
Melamed, S. G., siehe Mislavskaja, F. F.
Mellon, M. G., siehe Damon, J. M. O.
Menis, O., D. L. Manning und R. G. Ball, Spektralphotometrische Bestimmung von Uran, Thorium, Sulfat und Fluorid in Reaktorprodukten 228
Menis, O., D. L. Manning und G. Goldstein, Spektralphotometrische Thoriumbestimmung 228
Menis, O., T. C. Rains und J. A. Dean, Beeinflussung der wichtigsten Lanthanoxydbanden durch Brenngaszusammensetzung, Lösungsmittel und Fremdionen 292
Menzel, H., und G. Siewert, Nachweis von Zinn und Antimon mit metallischem Zink 141
Mercer, R. A., und R. A. Wells, Trennung von Niob und Titan an Cellulosesäulen 293
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Merritt, W. F., Bestimmung von Tritium in Wasserproben 211
van der Meulen, A. T. H., Bestimmung von Parathion und p-Nitrophenol in biologischem Material 315
van der Meulen, J. H., Bestimmung von Bromiden 310
Meyer, R. E., siehe Furter, M.
Meyer, S., und O. G. Koch, Elektrodenheizblock zur Lösungsspektralanalyse 357. — Analyse von Oxydeinschlüssen im Stahl 224
Mickelsen, O., und R. S. Yamamoto, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Miklós, I., siehe Győrbiró, K.
Miller, H. K., siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]

Miller, V. L., D. Lillis und E. Csonka, Mikrobestimmung von intakten Phenylquecksilberverbindungen in tierischen Geweben 308
Milner, G. W. C., und J. H. Nunn, Trennung von Uran und Wismut 137
Milner, O. I., siehe Liederman, D.
Minczewski, J., Analytische Untersuchung von β-Naphthoxyessigsäure 56, 57
Minczewski, J., S. Kołyga und L. Wódkiewicz, Bestimmung von Kupfer und Vanadium 120
Mislavskaja, F. F., und Š. G. Melamed, Spektralanalytische Bestimmung von Bariumsulfat in Elektrodenmaterial für Bleiakkumulatoren 292
Mitchell, jr., J., siehe Yakubik, M. G.
Mitchell, R. L., und R. O. Scott, Spektrographische Bestimmung von Magnesium in Lösungen 288
Mitz, M. A., und R. J. Schlueter, Bestimmung der Acylase 320
Mizgalski, W., siehe Smoczkiewiczowa, A.
Mizuike, A., und S. Hirano, Bestimmung von Kobaltspuren in Zirkonium- und Titanmetall 220
Młodecka, J., und A. Hojnacka, Nachweis von kleinen Aminmengen 380
Modreanu, F., Papierchromatographische Trennung und Bestimmung von Lithium, Natrium und Kalium 117. — Siehe auch Ralea, R.
Mörikofer, A., siehe Simon, W.
Mohr, W., und H. Dittmann, Bestimmung des Wassergehaltes in Butter 156
Mohr, W., und U. Grigull, Bestimmung des fettfreien Milch-Trockenmassegehaltes und des Fettgehaltes von Butter 156
Moor, H., Bestimmung von Vitamin A 202
Moran, J. J., siehe Steyermark, A.
Morath, J. C., und J. T. Woods, Analyse von Amin-Formaldehydharzen 300
Morgan, W. A., und E. F. Harford, Bestimmung von Harnstoff in phosphorsäurehaltigen Mischdüngemitteln 289
Morley, A. M., und J. K. Wood, Titanbestimmung 285
Morosin, B., siehe Waterbury, G. R.
Morrison, A., siehe Witter, R. F.
Morrison, G. H., siehe Cosgrove, J. F.
Mosen, A. W., siehe Willard, H. H.
Mottier, M., und M. Potterat, Isolierung von Farbstoffen aus Lebensmitteln 155
Mowery, jr., D. F., Densimetrische Analyse wiedergewonnener ternärer Lösungsmittelgemische 430
Mukerjee, (Mukherji), S. N., Hochfrequenztitration 74
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherji, A. K., und A. K. Dey, Bestimmung von Mikromengen Beryllium 123. — Mikrobestimmung von Uran mit Ammoniumaurintricarboxylat 134
Munier, R., und M. Macheboeuf, Papierelektrophoretische Technik 235
Munné, L. M., siehe Buscarós, F.
Murray, M. M., siehe Bond, A. M.
Murrell, L. R., und P. F. Nace, Bestimmung von Glucose in Fischblut 399
Murty, N. L., siehe Craig, B. M.
Musil, A., und W. Haas, Ammoniumsalz der Phenylhydrazindithiocarbaminsäure als analytisches Reagens 42
Mustafin, I. S., und L. O. Matveev, Bestimmung von Aluminium 129. — Siehe auch Kaškovskaja, E. A.
Myers, H., siehe Spurr, R. A.

Nace, P. F., siehe Murrell, L. R.
Nagai, Y. und Y. Kimura, Nachweis von Inosit und Inositdiphosphat 386
Nagy, Z., siehe Almássy, Gy.
Nardi, G. L., Bestimmung des Serumtrypsins bei Erkrankungen des Pankreas 77
Nath, R., siehe Cama, H. R.
Nathan, D. G., J. D. Davidson, J. G. Waggoner und N. I. Berlin, Bestimmung der Aktivität von Kohlenstoff-14-Bariumcarbonat 45
Naves, Y.-R., Untersuchung von ätherischen Ölen 73
Naves, Y.-R., P. Ardizio und G. Favre, Untersuchung von ätherischen Ölen 73
Naves, Y.-R., und A. Odermatt, Analysenmethoden ätherischer Öle 73
Nawakowski, A. C., Bestimmung von Tris-nonylphenylphosphit 298
Nedoma, J., siehe Dereň, J.
Negishi, R., siehe Hamaguchi, H.
Negriţescu-Arizan, S., Untersuchung von Artane (Arthan) 64
Negrusz, E., Bestimmung von Cer in Gemischen von Seltenen Erden 372

Neher, R., Chromatographie von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen 306 [L]
Nelson, G. B., siehe Matlack, G. M.
Nesmejanow, A. N., und J. A. Kozeschkow, Sprühreagens auf Metallverbindungen 381
Nessler jr., C. G., siehe Kreuzer, F.
Neu, R., Nachweisgrenzen von Flavonen mit Tetraphenyl-diboroxyd und langkettigen quartären Amoniumverbindungen 456
Neumann, F., siehe Bode, H.
Newlands, G., siehe Haslam, J.
Newman, A. C. D., Spektralphotometrische Bestimmung von Fluor 436. — Abtrennung von Fluorid von störenden Kationen und Anionen 438
Nicholas, H. O., Analyse von Blasensteinen 307
Nielsen, M. L., siehe Herzog, A. H.
Niinivaara, F., und M. Pohja, Bestimmung des Wasserbindungsvermögens von Fleisch 388. — Siehe auch Pohja, M.
Nijland, M. M., siehe Uffelie, O. F.
Niki, E., siehe Takahashi, T.
Nikonova, M. P., siehe Poluektov, N. S.
Nilus, E. L., siehe Ryss, I. G.
Nishikawa, Y., Bestimmung von Gallium mit Eriochromrot B 139
van Nispen tot Pannerden, E. B. L. M., Bestimmung von Barbituraten unter Verwendung des Kationenaustauschers Amberlite IR-120 H 62
Nitsch, W., siehe Kaufmann, H. P.
Norris, M. V., siehe Averell, P. R.
North, A. A., siehe Hunt, E. C.
Novák, J., siehe Doležal, J.
Novák, J. V. A., Polarographische Bestimmung von Jodid 156
Novák, V., und A. Krajina, Konduktometrische Bestimmung von Natrium und Kalium nebeneinander 371
Novik, R. M., und Ju. S. Lialikov, Polarographische Jodidbestimmung in Schmelzen 440
Nunn, J. H., siehe Milner, G. W. C.

Ode, W. H., siehe Schrenk, W. T.
Odermatt, A., siehe Naves, Y.-R.
Oehlmann, F., Bestimmung von Zink in Kautschuk 297
Oganov, M. N., und A. R. Striganov, Analyse von Gemischen von Wasserstoff, Deuterium und Tritium 116
Ogg, C. L., siehe Steyermark, A.
Oja, O., R. J. Peltonen und M. Koski, Die Bestimmung des Methanolgehaltes in Alkohol mit Schiffschem Reagens. Systematische Fehler und statistische Sicherheit der Nullprobe 321 [Or]
Oka, S., Polarograph mit automatischer Korrektur für das Indicatorelektrodenpotential 435
Olaru, M., Polarographische Bestimmung von Silber 121
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
Onrust, H., und F. Hoeke, Isolierung von Farbstoffen aus Lebensmitteln 155
Ortiz Manchado, O., Trennung und Identifizierung der 17-Ketosteroide des Urins 240
Osman, F. A., siehe Abd El Raheem, A. A.
Osol, A., siehe Hoffnagle, G. F.
Osterberg, A. E., siehe Kendall, E. C.
Ostroumov, E. A., siehe Volkov, I. I.
Ota, K., Bestimmung von Blei in Schneidstahl 223
Ottendorfer, L. J., Titrimetrische Analyse von Weißmetall 219

Pacewska-Szlemińska, I., siehe Łada, Z.
Pagels, I., siehe Kaltofen, R.
Paleček, E., Oscillographische Polarographie der Nucleinsäuren und ihrer Bestandteile 159
Palmer, A. R., Zusammensetzung des Thoriumkomplexes mit Thoron 133
Palo, V., V. Koman und Z. Hrabě, Papierchromatographische Trennung höher Fettsäuren 453. — Siehe auch Koman, V.
Pan, Huo-Ping, Filtrationsvorrichtung 48
Pancaldi, G., siehe Cavallaro, L.
Pancrazio, G., und V. Duse, Prüfung der Morton-Stubbs-Korrektur bei der spektrophotometrischen Bestimmung von Vitamin A 202
Paris, R., und G. Faugeras, Elektrophoretische Trennung von Alkaloiden 69. — Elektrophoretische Trennung und Charakterisierung einiger Solanaceen-Alkaloide 236
Parke, T. V., und W. W. Davis, Apparatur zur Bestimmung von Ge, P und As 140
Parrák, V., J. Ružičková, O. Lišková und F. Machovičová, Oscillopolaro-

graphisches Verhalten von Colchicin, Colchicein und Demecolcin 236
Parsons, J. R., siehe Young, J. C.
Pascu, N., siehe Ripan, R.
Patriarche, G., Coulometrische Titration von Oxin 457
Paulik, F., L. Erdey und G. Takács, Derivatographische Untersuchung von Arzneipulvern und granulierten Arzneimitteln 19 [Or]
Paz Castro, M., siehe Bermejo-Martínez, F.
Peach, S. M., Nachweis und photometrische Bestimmung von Nitrit in Wasser 144
Pechmann, E., siehe Poethke, W.
Peltonen, R. J., siehe Oja, O.
Penprase, W. G., und J. A. Biles, Bestimmung von pharmazeutisch wichtigen Verbindungen 232. — Differenzierung von Barbitursäurederivaten 231
Pensar, G., siehe Ringbom, A.
Perkins, F. M., und W. E. Hughes, Elektrolytische Abscheidung von Kobalt 444
Perkins, M., und G. F. Reynolds, Bestimmung von Aluminium 128
Perlin, A. S., Trennung von Ameisensäure und Essigsäure 452
Perlmann, I., siehe Hollander, J. M.
Perrin, C. H., Gravimetrische Bestimmung von Phosphor in Dünge-, Futter- und Nahrungsmitteln 289
Pesez, M., Nachweis quaternärer Ammoniumverbindungen 449
Petek, M., siehe Keler-Bačoka, M., sowie Pučar, Z.
Peterson, J. P., siehe Beaufait, jr., L. J.
Peterson, R. E., siehe Seven, M. J.
Peyer, W., Halbmikroanalyse anorganischer Stoffe 370
Pfab, B., siehe Hegemann, F.
Pfennigsdorf, G., siehe Bekemeier, H., sowie Holtz, F.
Pflücke, M., Chemisches Zentralblatt. Das System 356 [L]
Philippi, K., siehe Tillmans, J.
Pickels, E. G., siehe Williams, jr., F. G.
Pietroniuk, K., Bestimmung von Vitamin E 204
Pifer, C. W., und E. G. Wollish, Bestimmung organischer Stoffe mit Quecksilber(II)-acetat 65
Pignard, P., und J. Delga, Bestimmung von Magnesium in Blutserum und Urin 306
Pilipenko, A. T., siehe Žarovskij, F. G.
Pilz, W., Mikrobestimmung von Vanadium in biologischem Material 309. — Photometrische Mikrobestimmung der Acetylcholinesterase in Serum und Erythrocyten 78
Pinchas, S., J. Shabtai und E. Gil-Av, Bestimmung von Methylencyclohexan und isomeren Methylcyclohexenen 385
van Pinxteren, J. A. C., und E. Verloop, Bestimmung von Ascorbinsäure 203. — Siehe auch den Herder, J. J.
Placito, P. J., siehe High, J. H.
Plapp, F. W., und J. E. Casida, Analyse der Hydrolyseprodukte von Organophosphat-Insecticiden 303
Plessing, H., Chemische Bestimmung von Vitamin A 201
Pleticha, R., Unterscheidung der Vitamine des B-Komplexes 158
Pliška, V., und D. Rykl, Bestimmung kleiner Jodmengen in jodiertem Salz 156
Poczók, I., siehe Körös, E.
Pöhm, M., Trennung der Mutterkornalkaloide 71
Poethke, W., und E. Pechmann, Bestimmung von Morphin in Mohnkapseln 69
Pohja, M., und F. Niinivaara, Bestimmung des Wasserbindungsvermögens von Fleisch 388. — Siehe auch Niinivaara, F.
Pohl, F. A., Untersuchung von Oxydeinschlüssen in Stahl 225
Pohle, W. D., und V. C. Mehlenbacher, Analyse von Glyceriden und Glycerin 55
Pohlmann, R., siehe Wurziger, J.
Pollard, F. H., J. F. W. McOmie und J. V. Martin, Chromatographische Technik 117
Pólos, L., siehe Erdey, L.
Poluektov, N. S., und M. P. Nikonova, Wechselseitiger Einfluß von Elementen auf die Strahlungsintensität in Flammen 424
Ponomarev, A. I., und A. Ja. Seskolskaja, Bestimmung von Aluminium neben Eisen 129
Ponsold, W., siehe Bekemeier, H., sowie Holtz, F.
Ponticorvo, L., siehe Rittenberg, D.
Poole, D. B., siehe Rodgers, K.
Popoff, A., siehe Rankoff, G.
Porath, J., Elektrophoresesäule 364

Porath, J., E. B. Lindner und S. Jerstedt, Abnahme von in Eluiersäulen getrennten Zonen 363
Porter, R. S., und J. F. Johnson, Anwendung der Circularg aschromatographie 361
Positano, V. T., und L. L. Wiesel, Bestimmung von Eisen in Serum 313
Pospíšil, J., Z. Deyl und V. Ettel, Chromatographische Analyse technischer Gemische von Nitroverbindungen 302
Potterat, M., siehe Mottier, M.
Poulton, F. C., und L. Tarrand, Bestimmung von Schwefel 297
Povondra, P., und J. Vébr, Technische Analyse des natürlichen Flußspates 282. — Siehe auch Kroužek, E.
Powell, W. R., siehe Bentley, F. F.
Prentice, A., und P. D. Ritchie, Colorimetrische Bestimmung von Kieselsäure 139
Procházka, J., K. Czerepko und J. Jansa, Bestimmung von Cyclohexanonoxim 60
Procházka, Ž., Bestimmung von Indol-3-carbonsäure, Ascorbigen und 3-Indolylacetonitril in Blumenkohl und Kohl 157. — Siehe auch Šanda, V.
Proske, G. H., Bestimmung von Schwefel in Kautschuk und Gummi-Chemikalien 297
Prouty, R. W., und K. Kuroda, Bestimmung und Verteilung von Chlorchinon in menschlichem Gewebe 318
Prusiková, M., Neue Systeme zur papierchromatographischen Trennung von Corticosteroiden 240
Przybylska, J., Z. Kocialkowski und R. Wiewiórowski, Bestimmung von Aminosäuren 237
Pšenicyn, N. K., und O. M. Ivonina, UV-spektrophotometrische Bestimmung von Palladium 377
Pučar, Z., M. Keler-Bačoka und M. Petek, Elektrochromatographie von Proteinen, Lipoiden und Polysacchariden 397
Pučar, Z., und M. Petek, Elektrochromatographie von Eiweiß 397. — Siehe auch Keler-Bačoka, M.
Puffe, D., siehe Frercks, W.

Quackenbusch, F. W., siehe Lewis, W. R.
Quasdorf, T., siehe Struss, F.
Quiram, E. R., und W. F. Biller, Bestimmung von Kohlenwasserstoffspuren in der Luft 208

Radin, N. S., siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Ragazzini, M., siehe Farina, M.
Rains, T. C., siehe Menis, O.
Ralea, R., und F. Modreanu, Bestimmung von Kobalt und Kalium 444
Rancke-Madsen, E., Bestimmung von Sulfat durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff 151
Randall, R. J., siehe Lowry, O. H.
Rankoff, G., A. Popoff und A. Jovtscheff, Bestimmung von Methanol im Gemisch aus Äthanol und Wasser in Anwesenheit anderer flüchtiger Stoffe 52
Rao, B. R. L., und S. V. R. Rao, Bestimmung von Thorium in Monazit und Schwarzsand 133
Rao, G. Gopala, S. Sagi und M. Suryanarayana, Potentiometric Titration of Molybdenum(V) with Ferric Alum 248 [Or]
Rao, G. Gopala, und T. P. Sastri (Sastry), Vanadametry, Vanadametric Determination of Phthalocyanines 11 [Or]. — Verwendung von Brucin als Indicator in der Cerimetrie 44
Rao, G. Gopala, und M. Suryanarayana, Oxidimetric Methods for the Volumetric Determination of Molybdenum(V). Part I. Titration with Ceric Sulphate and Sodium Vanadate. A Study in the Mechanismus of Redox Indicator Reactions 161 [Or]. — Siehe auch Sastri (Sastry), T. P.
Rao, G. Jagga, und K. Bhaskara Rao, Dichrometric Determination of Mercury(I) 247 [Or]
Rao, K. Bhaskara, siehe Rao, G. Jagga
Rao, S. V. R., siehe Rao, B. R. L.
Rao, V. K. Mohan, Paper Chromatographic Analysis of Acids Horizontal Migration Method Part V. 170 [Or]
Rauterberg, E., und F. Kremkus, Bestimmung von Kohlenstoff im Boden 287
Ráy, P., siehe Xavier, J.
Ray Chowdhury, J. B., siehe Majumdar, A. K.
Rebelein, H., Erkennung naturreiner Weine an Hand des K-Wertes 197
Rebertus, R. L., R. J. Cappell und G. W. Bond, Polarographische Analyse von aus Austauschersäulen abfließenden Eluaten 365
Rebora, P., siehe Strocchi, P. M.
Reeber, H. E., siehe Young, J. C.

Reid, R. D., siehe Magee, R. J.
Reinharz, M., und G. Vanderhaege, Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45
Reinhold, J. G., siehe White, D.
Rey-Mendoza, R., siehe Bermejo-Martínez, F.
Reynold, S. A., siehe Leddicotte, G. W.
Reynolds, G. F., und T. J. Webber, Polarographische Bestimmung von Aluminium 128. — Abtrennung von störenden Elementen bei der oscillopolarographischen Bestimmung von Aluminium 128. — Siehe auch Perkins, M.
Řezáč, Z., und M. Adamec, Bestimmung der adsorbierten Alkalien in synthetischem Braunstein 292
Riccoboni, L., siehe Semerano, G.
Richard, M. J., siehe Fritz, J. S.
Richardson, E., Einfluß organischer Verbindungen auf die colorimetrische Bestimmung von Kieselsäure 139
Rieche, A., und M. Schulz, Papierchromatographie organischer Peroxyde 448
Rieck, G., siehe Glemser, O.
Riehm, H., und B. Ulrich, Aufschluß von Bodenproben 287
Riehm, H., B. Ulrich und M. Ulrich, Kationenaustauscherkapazität von Böden 287
Riemersma, J. C., und W. Stoutjesdijk, Papierchromatographie von Sterinen aus Tier- und Pflanzenfetten 388
Rijnders, G. W. A., siehe Keulemans, A. I. M.
Riley, J. P., Rasche Analyse von Silicaten 278
Ringbom, A., G. Pensar und E. Väänänen, Bestimmung von Calcium neben Magnesium 124
Ripan, R., Gh. Marcu und N. Pascu, Bestimmung von Tellur durch Reduktion 152
Risley, H. A., siehe Ames, S. R.
Ritchie, C. D., siehe Jones, J. H.
Ritchie, P. D., siehe Prentrice, A.
Rittenberg, D., und L. Ponticorvo, Bestimmung des Sauerstoff-18-Gehaltes von Phosphaten 145
Riva, B., Rasche Bestimmung von Calcium, Magnesium und Sulfat nebeneinander 125
Roberts, H. R., M. G. Kolor und W. Bucek, Papierchromatographische Schnellbestimmung von Tryptophan neben 20 anderen Aminosäuren 238
Roberts, R. H., und S. E. Johnsen, Bestimmung von Deuterium 48
Robins, E., O. H. Lowry, K. M. Eydt und R. E. McCaman, Bestimmung von Fettstoffen 393
Rochow, E. G., und W. F. Gilliam, Analyse von metallorganischen Verbindungen 50
Rockerbie, R. A., siehe Kum-Tatt, L.
Rockland, L. B., und M. S. Dunn, Papierchromatographische Technik 380
Rodgers, K., und D. B. Poole, Bestimmung kleiner Mengen Jod in biogischem Material 311
Roginskaja, B. S., siehe Goldinov, A. L.
Rohdewald, M., und M. Weber, Bestimmung von säurelöslichen Phosphorverbindungen in Kinderblut 309
Rohner, F., Röntgen-Diffraktometer zur Beurteilung von Bauxiten 285
Rohrlich, M., und H. J. Schlüssler, Chemische Differenzierung der Eiweißstoffe des Weizens und Roggens 199
Rolf, R. F., siehe Gill, H. H.
Romand, J., G. Balloffet und B. Vodar, Anwendung des Vakuumgleitfunkens zur spektrochemischen Analyse im fernen Ultraviolett 357
Romijn, H. M., Kristallreaktion von Sulfatverbindungen 64
Romminger, K., siehe Täufel, K.
Romováček, J., Bestimmung von Schwefelkohlenstoff 52
Rooney, R. C., Eigenschaften von Titan(IV)-diäthyldithiocarbaminat und Anwendbarkeit in der chemischen Analyse 43
Rootsi, N., Bestimmung von Ascorbinsäure in Äpfeln 158
Rosebrough, N. J., siehe Lowry, O. H.
Rosenthaler, L., Prüfung von Petroläther, Benzin und Weingeist auf Benzol 231
Rosenthaler, L., und F. Lüdy, Nachweis von Penicillin 73
Ross, J. W., R. D. deMars und I. Shain, Polarographie am hängenden Quecksilbertropfen 36
Rossi, G. V., siehe Goldberg, M. E.
Rossini, F. D., B. J. Mair und A. J. Streiff, Untersuchung von Erdöl und Erdölprodukten 461. — Siehe auch Mair, B. J.
Roth, H., und P. Schuster, Mikrobestimmung einiger Atomgruppen 446

Rouquette, A., Zuckerbestimmung in Lebensmitteln 199
Rouser, G., G. V. Marinetti, R. F. Witter, J. F. Berry und E. Stotz, Papierchromatographische Untersuchung von Phosphatiden 395
Rowley, K., siehe Feibush, A. M.
Roy, D. K., siehe Bhattacharya, K. R.
Rozací, O., Polarographische Bestimmung von freiem Schwefel in Kautschuk und Gummi-Chemikalien 297
Rudolph, I., siehe Täufel, K.
Ružičková, J., siehe Parrák, V.
Rykl, D., siehe Pliška, V.
Ryss, I. G., und E. L. Nilus, Bestimmung von Kalium und Natrium im Gemisch ihrer Chloride 118

Safařík, L., und V. Špinková, Bestimmung des 3-Methoxy-4-hydroxybenzilidenhydrazids der Isonicotinsäure 66
Safranski, L. W., siehe Yakubik, M. G.
Sagi, S., siehe Rao, G. Gopala
Ságner, Z., siehe Matrka, M.
Saha, K., und S. N. Chaudhuri, Hochfrequenztitration von normalem Kaninchenserum 74
Sahota, S. S., siehe Singh, B.
Sakagami, T., Colorimetrische Bestimmung von Sphingosin in Lipoiden 395
Sakurai, H., siehe Takahashi, T.
Salaria, G. B. S., Unlösliche Substanzen in der Analyse 38. — Analyse von Metallen der Kupfer- sowie der Eisen-Aluminium-Gruppe 41. — Bestimmung von Selen(IV), Tellur(IV) und Zinn(IV) als Sulfide 152. — Siehe auch Taimni, I. K.
Salyer, D., und T. R. Sweet, Elektrolytische Abscheidungsmethoden für Kobalt 443
Sánchez Bellido, I., siehe Lucena-Conde, F.
Šanda, V., und Ž. Procházka, Bestimmung von Ascorbigen 157
Sanford, A. H., siehe Todd, J. C.
Sanger, F., Bestimmung von Aminosäuren 199
Sano, H., Bestimmung von Germanium(IV), Zirkonium(IV) und Titan(IV) mit Phenylfluoronderivaten 140
Sansum, W. D., A. E. Koehler und R. Bowden, Nachweis von Ketonkörpern 314
Sant, B. R., Bestimmung von Nitrit mit Hexacyanoferrat(III) 144
Santhanam, K. S. V., und A. P. Madhavan Nair, Coulometric Estimation of Ferricyanides 102 [Or]
Šaršúnová, M., Bestimmung von Kaliumnitrat in der Reinsubstanz und in Augenwässern 61
Sastri (Sastry), T. P., und G. Gopala Rao, Use of Brucine as an Oxidation-Reduction Indicator in Cerimetry 422 [Or]. — Siehe auch Rao, G. Gopala
Saunders, D. M., siehe Wood, J. C.
Saunders, R. A., siehe Henly, A. A.
Savidge, R. A., siehe Johnson, C. A.
Sawicki, E., T. W. Stanley und T. R. Hauser, Unterscheidung aromatischer Aldehyde von aromatischen Ketonen 385
Saxena, R. S., und C. S. Bhatnagar, Photometrische Titration von Kaliumhexacyanoferrat(III) mit Silbernitrat 442
Ščerbov, D. P., Fluorescenzanalyse anorganischer Substanzen 358
Ščerbov, D. P., und A. I. Ivankova, Fluorimetrische Bestimmung von Tellur mit Rhodamin S 152
Schachtschabel, P., Bestimmung der Kationenaustauschkapazität von Böden 287. — Bestimmung von Magnesium im Boden 288
Schachtschabel, P., und U. Schwertmann, Flammenphotometrische Bestimmung von Magnesium im Boden 287
Schaffner, C. P., siehe Horowitz, M. I.
Schall, E. D., Titrimetrische Bestimmung von Kalium in Düngemitteln 288
Scharnbeck, M., siehe Gröschner, E.
Scharpenseel, H. W., Bestimmung der Radioaktivität im Boden 286
Scharrer, K., und E. Schaumlöffel, Bestimmung von Kupfer in biologischem Material 391
Schaumlöffel, E., siehe Scharrer, K.
Schechter, M. S., S. B. Soloway, R. A. Hayes und H. L. Haller, Bestimmung von DDT 294
Scheunert, A., und M. Schieblich, Bestimmung von Vitamin D 204. — Siehe auch Gassmann, B.
Schieblich, M., siehe Scheunert, A.
Schiele, C., siehe Weiner, R.
Schiemann, R., Gasanalysegerät 390
Schier, O., siehe Berbalk, H.
Schietecatte, W., siehe Mechelynck, Ph.
Schinzel, S., Bestimmung von ÄDTA neben kondensierten Phosphaten 416 [Or].

Schlüssler, H. J., siehe Rohrlich, M.
Schlueter, R. J., siehe Mitz, M. A.
Schmall, M., B. Senkowski, R. Colarusso, E. G. Wollish und E. G. E. Shafer, Photometrische Bestimmung von Vitamin D neben Vitamin A 389
Schmid, L., siehe Woidich, K.
Schmör, J., Bestimmung von Xylose in Urin und Serum 398
Schneider, H., siehe Krakau, G.
Schnerb, I., siehe Kaplan, D.
Schnurbusch, H., siehe Kaufmann, H. P.
Schöffmann, E., siehe Malissa, H.
Schönenberger, M., H. Kellner, H. Südhof und H. Haupt, Hexosebestimmung in Serumproteinen 318
Schönfeld, T., siehe Wald, M.
Schöön, N.-H., Silberthiocyanatmethode zur colorimetrischen Bestimmung von Thiosulfat 374
Scholz, R., siehe Kaufmann, H. P.
Schott, C., siehe Terres, E.
Schrenk, W. T., und W. H. Ode, Analyse von Flußspat 282
Schulek, E., und K. Burger, Brommonochloridlösung als Maßlösung 378. — Halogenierungsreaktionen mit Interhalogenverbindungen 378. — Bestimmung von Hydrazin und dessen organischen Derivaten mit Brommonochlorid 143. — Bromierung von Phenolen mit Brommonochlorid 379
Schulek, E., und L. Maros, Jodometrische Bestimmung von Formaldehyd und Acetaldehyd 382
Schultze, M. O., siehe Seto, T. A.
Schulz, M., siehe Rieche, A.
Schumacher, E., und H. J. Streiff, Anwendung des focussierenden Ionenaustausches zur Titration von Schwermetallen und Seltenen Erden 366
Schumann, K., siehe Kaltofen, R.
Schuster, P., siehe Roth, H.
Schwachman, H., siehe Stern, M.
Schwandt, K., Nachweis und Bestimmung von Harnporphyrinen 400
Schwartz, D. P., Nachweis von Hydroxyaminosäuren auf Papierchromatogrammen von Proteinhydrolysaten 238
Schwartz, N., siehe Lein, A.
Schweitzer, G. K., und G. M. Correll, Mitfällung von Zink bei der Fällung von Kupfersulfid mit Thioacetamid 126
Schwertmann, U., siehe Schachtschabel, P.
Scott, I. A. P., und R. J. Magee, Chromatographische Trennung von Niob und Tantal im Stahl 224
Scott, R. O., und A. M. Ure, Bestimmung von Magnesium in verschiedenen Extrakten 288. — Siehe auch Mitchell, R. L.
Seaborg, G. T., siehe Hollander, J. M.
Seaman, W., Bestimmung von ungesättigten Verbindungen mittels katalytischer Hydrierung 447
Le Sech, Anwendung von gepreßtem Silberchlorid als Küvettenmaterial in der IR-Spektroskopie 358
Šedivec, V., Bestimmung von Quecksilber 278
Seher, A., Trennung von Fettsäuren 452
Seidman, E. B., Bestimmung von Schwefeloxyden in Abgasen 210
Sekerková, D., siehe Zahradníček, M.
Sękowska, B., siehe Bellen, Z.
Selby, S. M., siehe Hodgman, Ch. D.
Šelichovskij, V. A., siehe Andreasov, L. M.
Selivanov, V. G., siehe Bogovina, V. I.
Selzer, G., und M. Ariel, Bestimmung von Magnesium in Aluminiumlegierungen 215
Semenov, G., A., und M. Ja. Turkina, Massenspektrometrische Bestimmung von Deuterium in Deuterobenzol 48
Semerano, G., und L. Riccoboni, Meßzellen zur Polarographie 36
Sen, B., ÄDTA-Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39
Senkowski, B., siehe Schmall, M.
Sensabaugh, A. J., R. H. Cundiff und P. C. Markunas, Potentiometrische Titration der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyden und Ketonen 450
Seskolskaja, A. Ja., siehe Ponomarev, A. I.
Šesták, Z., Entwicklung und Stand der papierchromatographischen Verfahren zur Trennung von Chloroplasten-Pigmenten 296
Seto, T. A., und M. O. Schultze, Fujiwara-Reaktion zur Bestimmung von organischen Substanzen 53
Seven, M. J., und R. E. Peterson, Bestimmung von Eisen im Urin 392
Shabtai, J., siehe Gil-av, E., sowie Pinchas, S.
Shafer, E. G. E., siehe Schmall, M.
Shain, I., und A. L. Crittenden, Apparatur zur Polarographie 36. —

Siehe auch Martin, K. J., sowie Ross, J. W.
Sharpe, A. G., Wirkungsweise von Interhalogenverbindungen 378. — Siehe auch Benett, F. W.
Shaw, E. I., und R. Goldsby, Trennung jodierter Schilddrüsenprodukte im menschlichen Harn 75
Shelton, jr., L. R., siehe Hillig, F.
Sherwin, E. R., siehe Stuckey, B. N.
Shibata, N., siehe Kitagawa, H.
Shibata, S., F. Takeuchi und T. Matsumae, Spektralphotometrische Bestimmung geringer Mengen Beryllium 123. — Siehe auch Ishibashi, M.
Shigematsu, T., siehe Ishibashi, M.
Short, H. G., und A. I. Williams, Bestimmung von Silicium in reinstem Eisen 223
Siddhanta, S. K., und S. N. Banerjee, Colorimetrische Bestimmung von Nickel und Kobalt 444
Sideri, C. N., siehe Hoffnagle, G. F.
Siewert, G., Einführung in die qualitative Halbmikroanalyse anorganischer Stoffe 370. — Siehe auch Menzel, H.
Sikorska-Tomicka, H., siehe Czerepko, K.
Simon, W., Mikrotitration organischer Verbindungen 49
Simon, W., und E. Heilbronner, Mikrotitration organischer Verbindungen 49
Simon, W., E. Kováts, L. H. Chopard-dit-Jean und E. Heilbronner, Mikrotitration organischer Verbindungen 49
Simon, W., A. Mörikofer und E. Heilbronner, Mikrotitration organischer Verbindungen 49
Simonyi, I., siehe Tokár, G.
Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids (Fourth International Conference on Biochemical Problems of Lipids Oxford 1957) 305 [L]
Singh, A., siehe Singh, B.
Singh, B., S. S. Sahota und A. Singh, Perbenzoic Acid as Volumetric Reagent. Part I. Determination of Inorganic Reducing Agents 106 [Or]
Skrentny, B. A., siehe Tourtellotte, W. W.
Sloth, E. N., und M. H. Studier, Bestimmung des Isotopenverhältnisses von Plutonium 138
Smales, A. A., und R. K. Webster, Bestimmung von Spuren Lithium in Gesteinen 280
Smeby, R. R., siehe Free, H. M.
Smetana, B., siehe Matrka, M.
Smit, C. J. B., M. A. Joslyn und A. Lukton, Endpunktsbestimmung bei der Gerbstofftitration 58
Smith, H., siehe Hughes, W.
Smith, H. R., siehe Cherry, R. H.
Smoczkiewiczowa, A., und W. Mizgalski, Bestimmung von Kupfer und Kobalt in biologischem Material 73, 74
Smolelis, A. N., und S. E. Hartsell, Bestimmung von Lysozym im Magensaft 77
Sobel, A. E., und H. Werbin, Bestimmung von Vitamin A 202
Society for Analytical Chemistry, Proceedings of the Congress on Modern Analytical Chemistry in Industry 276 [L]
Sokol, L., Analyse von Phenolen und Kohlenwasserstoffen mittels Gas-Flüssigkeits-Chromatographie 459
Soley, M. H., siehe Barker, S. B.
Soliman, A., siehe Khalifa, H.
Soloway, S. B., siehe Schechter, M. S.
Solymosi, F., und A. Varga, Bestimmung von Schwefelverbindungen 374
van Someren, E. H. S., siehe v. Tongeren, W.
Somersalo, O., siehe Harva, O.
Sommer, G., siehe Thaler, H.
Sommer, L., Der Nachweis von Titan als Tetraphenylarsoniumsalz der Polyphenolchelate 342 [Or]
Sommer, L., und M. Hniličková, Neue Pyridinazofarbstoffe als chelatometrische Indicatoren 44
Somogyi, M., Reaktion auf Ketoverbindungen 315
Songina, O. A., und A. P. Vojlošnikova, Bestimmung von fünfwertigem Arsen und vierwertigem Selen 145
Sorokina, N. N., siehe Borsova, A. V., sowie Lučenko, A. V.
Sosin, Z., Calciumbestimmung in Gegenwart von Magnesium- und Ammoniumsalzen 371
Sparreboom, S., siehe van Beers, G. J.
Specker, H., Selektive Abtrennung von Eisen 375. — Siehe auch Doll, W.
Specker, H., und H. Hartkamp, Verwendung von Alginsäure als Kationenaustauscher 154
Specker, H., M. Kuchtner und H. Hartkamp, Trennung anorganischer Ionen an Alginsäure 154
Špinková, V., siehe Šafařík, L.

Spitzy, H., R. J. Magee und C. L. Wilson, Bestimmung von Rhenium 153
Spragg, S. P., Bestimmung von Verbindungen, die Thiolgruppen enthalten 379
Springer, U., Bromacetolyse und Sulfacetolyse von Bodenproben 287
Spurr, R. A., und H. Myers, Analyse von Anatas- und Rutilgemischen 281
Srivastava, T. N., S. P. Agarwal und R. C. Aggarwal, Use of o-Cresotic Acid as a Reagent for the Estimation of Thorium and Zirconium 254 [Or]
Srp, N. E., siehe Bentley, F. F.
Stanley, T. W., Reaktion von Methylketonen mit Nitroprussidnatrium 314. — Siehe auch Sawicki, E.
Stark-Mayer, C., siehe Goldstein, D.
Stedefeder, J., siehe Martin, H.
Stefanović, G., und T. Janjić, Auftrennung isomerer cis-trans-Komplexverbindungen von Kobalt, Chrom und Platin 377
Steigleder, G.-K., Nachweis der β-Glucuronidase auf der Hautoberfläche 159
Stephenson, W. H., siehe Illing, E. T.
Stern, M., H. Schwachman, T. S. Licht und A. J. deBethune, Bestimmung des Chloridgehaltes in Körperflüssigkeiten 310
Stevens, J. D., siehe Humoller, F. L.
Stevenson, D. P., und E. D. Wagner, Bestimmung von Deuterium 48
Steyermark, A., H. K. Alber, V. A. Aluise, E. W. D. Huffman, E. L. Jolley, J. A. Kuck, J. J. Moran und C. L. Ogg, Neue Mikropipetten 47
Stonhill, L. G., Bestimmung von Tantal und Niob in Titandioxydpigmenten 293
Storrs, E. E., siehe Burchfield, H. P.
Stotz, E., siehe Marinetti, G. V., sowie Rouser, G.
Stoutjesdijk, W., siehe Riemersma, J. C.
Strasheim, A., und R. J. Keddy, Analyse von Pflanzenaschen auf bestimmte Elemente unter Verwendung eines stromkonstanten Generators 294
Stratmann, H., Adsorptionsverfahren zur Bestimmung von Schwefel in Gasen 209
Straub, J., siehe Almássy, Gy.
Street, H. V., Titrimetrische Bestimmung von Glucose in biologischem Material 399
Streiff, A. J., siehe Rossini, F. D.
Streiff, H. J., siehe Schumacher, E.
Striganov, A. R., siehe Oganov, M. N.
Strocchi, P. M., und P. Rebora, Zur spektrometrischen Bestimmung von Titanspuren mit einem neuen spezifischen Reagens 1 [Or]
Stross, F. H., siehe Johnson, H. W.
Struss, F., und T. Quasdorf, Apparat zur Analyse von Respirationsgasen 390
Stuckey, B. N., E. R. Sherwin und F. D. Hannah jr., Testung von Fetten und Ölen nach der Sauerstoff-Bombenmethode 387
Studier, M. H., siehe Horrocks, D. L., sowie Sloth, E. N.
Südhof, H., siehe Schönenberger, M.
Sugishata, N., siehe Kiba, T.
Sulser, H., und O. Högl, Papierchromatographie von Sterinen aus Tier- und Pflanzenfetten 388
Sundt, E., und M. Winter, Papierchromatographische Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone aromatischer Carbonylverbindungen 449
Surgenor, D. M., siehe Wallach, D. F. H.
Suryanarayana, M., siehe Rao, G. Gopala
Svensson, H., Elektrophorese von Proteinen 398
Sverak, J., Beitrag zur spektralphotometrischen Biuretbestimmung in Harnstoff 178 [Or]
Swann, M. H., siehe Esposito, G. G.
Sweet, T. R., siehe Salyer, D.
Sydnes, S., siehe Følling, A.
Sykes, G., siehe Carter, D. V.
Szabó, M., siehe Csányi, L. J.
Szegedi, R., siehe Győrbiró, K.
Szekeres, L., Bestimmung verschiedener Schwefelverbindungen durch Oxydation mit Jod und Brom 150. — Bestimmung von Arsenat-, Jodat-, Perjodat- und Bromationen nebeneinander 440. — Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander 440. — Siehe auch Bakács-Polgár, E.

Täufel, K., C. Franzke und H. Hoppe, Bestimmung hitzepolymerisierter Fette 387
Täufel, K., K. Romminger und I. Rudolph, Quantitative Bestimmung von Glucosamin und N-Acetylglucosamin 54. — Siehe auch Gassmann, B.
Taggart, M. S., siehe Brannon, H. R.

Tagliavini, G., siehe Barbieri, R.
Taimni, I. K., und R. P. Agarwal, Bestimmung verschiedener Metalle durch Thiosalzzusetzung 152
Taimni, I. K., und J. S. Ahuja, Systematische Untersuchung über unlösliche Substanzen bei qualitativen Analysen 38
Taimni, I. K., und G. B. S. Salaria, Unlösliche Substanzen in der Analyse 38. — Bestimmung verschiedener Metalle als Sulfide 152
Takács, G., siehe Paulik, F.
Takagi, T., siehe Kiba, T.
Takahashi, T., und S. Emura, Trennung von Eisen(III), Aluminium und Kupfer 154
Takahashi, T., und E. Niki, Verbesserter Wechselstrompolarograph 35
Takahashi, T., und H. Sakurai, Kontinuierliche coulometrische Titration mit amperometrischer Endpunktsanzeige 434. — Coulometrische Titration von Kaliumpermanganat, Kaliumdichromat oder Chlor 434
Takani, A., siehe Kitagawa, M.
Takeuchi, F., siehe Shibata, S.
Tantivatana, P., und S. E. Wright, Papierchromatographische Trennung von Digitalisglykosiden 66
Tanz, R., siehe Hlad, jr., Ch. J.
Taranenko, I. T., Bestimmung von metallischem Eisen neben Eisen(II)- und Eisen(III)-oxyd 441
Tarrand, L., siehe Poulton, F. C.
Tattje, D. H. E., Bestimmung von D-Pulegon 65
Tegge, G., und W. Kempf, Bestimmung von Kupfer und Eisen in Stärke und Stärkesirupen 198
Ter Haar Romeny-Wachter, C. C., siehe Böttcher, C. J. F.
Terres, E., Identifizierung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen 462
Terres, E., K. Esser und C. Schott, Zerlegung der aromatischen Extrakte von Kerosen- und Gasölfraktionen 461
Thaler, H., und G. Sommer, Isolierung von Farbstoffen aus Lebensmitteln 155
Thieme, J. J., siehe Kaufmann, H. P.
Thode, W., Bestimmung von o-Hydroxydiphenyl in Apfelsinen 390
Thomas, J. D. R., siehe Crossley, J.
Thomason, P. F., siehe Farrar, L. G.
Thompson, J. A., siehe Banks, Ch. V.
Thompson, T. G., siehe Gast, J. A.
Tiews, J., siehe Brüggemann, J.
Tillmans, J., und K. Philippi, Hexosebestimmung in Serumproteinen 318
Timms, D. G., H. J. Konrath und R. C. Chirnside, Gaschromatographische Bestimmung von Verunreinigungen in Kühlgasen eines Kernreaktors 229
Tisdall, F. F., siehe Kramer, B.
Todd, J. C., A. H. Sanford und B. B. Wells, Nachweis von Ketonkörpern 314
Todd, J. W., siehe Blaedel, W. J.
Todd, jr., P. H., Nachweis fremder Verbindungen im ätherischen Öl von Capsicum, gemahlenem Capsicum und Chilligewürzen 157
Todeasa, A., D. Ciolan, A. Kovacs und C. Turcanu, Bestimmung von Aluminium neben Eisen 129
Török, T., und S. Cséti, Einwirkung des Magnesiums als drittem Legierungsbestandteil auf die Bestimmung von Zink in Aluminium 215
Tokár, G., und I. Simonyi, Maßanalytische Bestimmung von Anilin- und Pyridin-Abkömmlingen sowie von p-Aminobenzoesäureestern 384
Tomíček, O., und J. Valcha, Bestimmungen mit Blei(IV)-acetatlösungen 40
v. Tongeren, W., F. Freese und E. H. S. van Someren, Proceedings of the Colloquim Spectroscopicum Internationale VI (Amsterdam 1956) 356 [L]
Topalov, L. I., Untersuchung von binären Legierungen 227
Tóth, J., Gaschromatographische Apparate und Ausführung von Analysen 361
Tourtellotte, W. W., A. J. Vander, B. A. Skrentny und R. N. de Jong, Bestimmung der Gesamtfettstoffe in der Cerebrospinalflüssigkeit 393
Trabanelli, G., siehe Cavallaro, L.
Tracy, F. M., siehe Turkington, R. W.
Trojnar, S., siehe Borkowski, T.
Truemper, J. T., siehe Berg, E. W.
Tuljupa, F. M., siehe Usatenko, Ju. I.
Turcanu, C., siehe Todeasa, A.
Turk, E., siehe Crouthamel, C. E.
Turkina, M. Ja., siehe Semenov, G. A.
Turkington, R. W., und F. M. Tracy, Bestimmung von Ultramikromengen Kupfer mit 1,5-Diphenylcarbohydrazid 392
Turner, B. M., Elektrophoretische und chromatographische Trennung geringer Substanzen 430

Udenfriend, S., H. Weissbach und B.B. Brodie, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Uffelie, O. F., und M. M. Nijland, Trennung von dl-Canadin in seine optischen Isomeren 72
Ullmann, T. D., J. Kleeberg und E. Heimann-Hollaender, Analyse der Serumglobuline 316
Ulrich, B., siehe Riehm, H.
Umbreit, G. R., siehe Fritz, J. S.
Urbach, S., Zinkbestimmung in Kautschuk 297
Ure, A. M., siehe Scott, R. O.
Usatenko, Ju. I., und F. M. Tuljupa, Indicator bei der amperometrischen Bestimmung von Natriumdiäthyldithiocarbaminat 41

Vänninen, E., siehe Ringbom, A.
Vail, E. I., siehe Adreasov, L. M.
Vainštein, E. E., siehe Korolev, V. V.
Valcha, J., siehe Tomíček, O.
Vander, A.J., siehe Tourtellotte, W.W.
Vanderhaege, G., siehe Reinharz, M.
Vargà, A., siehe Solymosi, F.
Vaupotitsch, W., siehe Gorbach, G.
Vébr, J., siehe Povondra, P.
Venkateshan, C., siehe Balasundaram, S.
Verloop, E., siehe van Pinxteren, J.A.C.
Vetejška, K., siehe Křepelka, J. H.
Vilkki, P., Bestimmung von proteingebundenem Jod im Serum durch alkalische Veraschung 312
Visser, D., siehe Hadorn, H. J.
Vizard, G. S., und A. Wynne, Gaschromatische Bestimmung von Argon und Sauerstoff 361
Vodar, B., siehe Romand, J.
Vogt, G., siehe Dockum, N. L.
Vojlošnikova, A.P., siehe Songina, O.A.
Volkov, I. I., und E. A. Ostroumov, Bestimmung von Sulfat durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff 151
Voorhies, J. D., und N. H. Furman, Quantitative anodische Chronopotentiometrie an einer Platinelektrode und deren Anwendung zur Analyse von Sulfa-Drogen 232
Vorobjov, V., Eignungsprüfung höherer Phenolfraktionen von (Braun)-Kohlenteeren für die Erzeugung von Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten 458
Vose, G. P., Bestimmung der organischen und anorganischen Bestandteile in Knochen 393
deVries, T., siehe Lewis, W. R.

Waggener, W. C., Lage und Temperaturabhängigkeit der Absorptionsbanden von Wasser und Deuteriumoxyd 116
Waggoner, J. G., siehe Nathan, D. G.
Wagner, E. D., siehe Stevenson, D. P.
Wagner, J., siehe Kurtenacker, A.
Wagner, jr. V. L., siehe Jonassen, H. B.
Wagner, W., C. J. Hull und G. E. Markle, Bestimmung von Osmium 446
Wakamatsu, S., Schnellbestimmung von Zirkonium in Ferrozirkon 226
Wald, M., und T. Schönfeld, Verhalten von Metall-Äthylendiamintetraessigsäure-Komplexen an Anionenaustauschersäulen 367. — Verhalten von Thorium-Äthylendiamintetraessigsäure-Komplexen an Anionenaustauschersäulen 367
Walędziak, H., siehe Gorczyńska, K.
Wallach, D. F. H., und D. M. Surgenor, Selbstbau eines einfachen Mikro-Spektrophotometers 46
Waňková, J., Bestimmung von Anatas und Rutil in Titanweiß 281
Waterbury, G. R., E. H. van Kooten und B. Morosin, Bestimmung von Natrium neben Lithium in salzsauren Lösungen 118
Watson, C. J., siehe Ducci, H.
Weast, R. C., siehe Hodgman, Ch. D.
Webb, J. M., und H. B. Levy, siehe Glick, D., Methods of Biochemical Analysis 305 [L]
Webb, J. P. W., siehe James, A. T.
Webber, T. J., siehe Reynolds, G. F.
Weber, M., siehe Rohdewald, M.
Webster, R. K., siehe Smales, A. A.
Wehle, H., Eine Methode zur Bestimmung des Isopropylalkohols in Gegenwart anderer Alkohole 241 [Or]
Weide, A. J., siehe Krugers Dagneaux, E. L.
Weill, J. D., M. Ledig und P. Mandel, Bestimmung der Radioaktivität von Ribonucleotiden 76. — Siehe auch Ledig, M., sowie Mandel, P.
Weil-Malherbe, H., und A. D. Bone, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 79
Weinberger, G., siehe Diemair W.
Weiner, R., und C. Schiele, Die Abtrennung von Chromsäure mit Hilfe von Ionenaustauschern; Resistenzgrenzen 271 [Or]
Weir, R. J., siehe Brown, J. F.
Weise, J., siehe Garschagen, H.

Weiss, M., siehe Knobler, Y.
Weissbach, H., siehe Udenfriend, S.
Weissman, M., und B. Klein, Bewertung von Glucosebestimmungen in unbehandelten Serumproben 400
Weisz, H., siehe Belcher, R.
Wells, B. B., siehe Todd, J. C.
Wells, R. A., siehe Burstall, F. H., sowie Hunt, E. C. und Mercer, R. A.
Weltmann, O., Reaktion zur Bestimmung von Globulinen 317
Wennerstrand, B., siehe Kinnunen, J.
Werbin, H., siehe Sobel, A. E.
Wesson, L. G., Bestimmung von Tartronsäure in Gewebe 317
West, T. S., siehe Belcher, R.
Westland, A. D., F. E. Beamish, Bestimmung von Osmium 446
Whettem, S. M. A., siehe Haslam, J.
Whisman, M. L., und B. H. Eccleston, Polarographische Bestimmung von Hydroperoxyden in Kraftstoffen 462
White, C. G., und S. Helf, Suspensionsmethode zur Bestimmung der Radioaktivität 287. — Bestimmung der Aktivität von Kohlenstoff-14-Bariumcarbonat 45
White, D., G. A. Haidar und J. G. Reinhold, Bestimmung von Bilirubin im Serum Neugeborener 319
White, J. C., siehe Horton, Ch. A., sowie Young, J. P.
Whitman, C. L., und M. I. Fauth, Bestimmung und Nachweis von Nitraten und Nitraminen 144
Wiesel, L. L., siehe Positano, V. T.
Wiewiórowski, M., M. D. Bratek und E. Drzewiecka, Bestimmung der Gesamtalkaloide in Futterlupinensamen 67
Wiewiórowski, R., siehe Przybylska, J.
Wilkie, J. B., S. W. Jones und O. L. Kline, Bestimmung von Vitamin D neben Vitamin A 389
Wilkins, D. H., Bestimmung von ThO_2 in thoriumhaltigem Wolframdraht 221
Wilkinson, L., Bestimmung von Äthanol in Körperflüssigkeiten 314
Willard, H. H., A. W. Mosen und R. D. Gardner, Bestimmung von Thorium in Uranlegierungen mit Wolfram oder Titan 218
Williams, A. I., siehe Short, H. G.
Williams, jr., F. G., E. G. Pickels und E. L. Durrum, Papierelektrophorese am hängenden Streifen 58
Williams, F. R., und L. P. Hager, Bestimmung des Sauerstoff-18-Gehaltes von Phosphaten 145
Williams, M., siehe Brannon, H. R., sowie Clarke, E. G. C.
Williams, P. N., siehe Sinclair, H. M., Essential Fatty Acids 306 [L]
Wilska, S., Komplexometrische Schnellbestimmung von Fluorid 438
Wilson, C. L., siehe Forsythe, J. H. W., sowie Magee, R. J. und Spitzy, H.
Wilson, H. N., Gravimetrische Bestimmung von Phosphor 289
Wilson, K. B., siehe Box, G. E. P.
Wilson, R. F., und L. J. Baye, Fällung von Osmium mit 1,2,3-Benztriazol 446
Winter, M., siehe Sundt, E.
Wiss, O., und U. Gloor, Bestimmung von Vitamin D neben Vitamin A 389
Witter, R. F., G. V. Marinetti, L. Heicklin und M. A. Cottone, Rundfilterchromatographie von Phosphatiden 394
Witter, R. F., G. V. Marinetti, A. Morrison und L. Heicklin, Papierchromatographische Untersuchung von Phosphatiden 395. — Siehe auch Marinetti, G. V., sowie Rouser, G.
Wnekowska, L., und J. Leśniak, Aschebestimmung in Teeren und aschenarmen Teerpechen 458
Wódkiewicz, L., siehe Minczewski, J.
Woidich, H., siehe Woidich, K.
Woidich, K., L. Schmid, H. Gnauer und H. Woidich, Bestimmung der Gesamtsäure und der flüchtigen Säure in Fruchtsäften und Weinen 196
Wolfarth, E. F., siehe Bentley, F. F.
Wollemann, B., siehe Zahn, H.
Wollish, E. G., siehe Pifer, C. W., sowie Schmall, M.
Wood, D. F., und R. T. Clark, Bestimmung von Kupfer in Titan, Zirkonium und deren Legierungen 220
Wood, J. C., R. M. Elofson und D. M. Saunders, Infrarotspektren verschiedener Fulvene 59
Wood, J. K., siehe Morley, A. M.
Woods, J. T., siehe Morath, J. C.
Woodward, J. C., siehe Adams, R.
Woolley, J. F., Bestimmung von Spuren Thallium in Zinn-Cadmiumlegierungen 217
Wright, S. E., siehe Tantivatana, P.
Wroński, M., Maßanalytische Bestimmung von zweiwertigem Quecksilber

in Anwesenheit von Thiofluorescein als Indicator 351 [Or]
Wunderlich, E., und E. Göhring, Maßanalytische Bestimmung des Germaniums als Brenzcatechin-Germaniumsäure 346 [Or]
Wurziger, J., und R. Pohlmann, Nachweis von Butylhydroxytoluol in Schweineschmalz 198
Wynne, A., siehe Vizard, G. S.
Wyszyński, N., siehe Dobrowolski, J.

Xavier, J., und P. Rây, Brauchbarkeit von Rubeanwasserstoffderivaten in der Analyse 368. — Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagens auf Kobalt, Nickel, Palladium und Ruthenium 445

Yakubik, M. G., L. W. Safranski und J. Mitchell, jr., Acidimetrische potentiometrische Titration an der Kette Glaselektrode-Silberelektrode in Pyridin 431
Yamamoto, R. S., siehe Mickelsen, O.
Yamamoto, Y., siehe Ishibashi, M.
Yamamura, S. S., siehe Fritz, J. S.
Yasuda, S. K., und J. L. Lambert, Photometrische Bestimmung von Fluorid mit einem Thoriumalizarinrot-S-Komplex 436
Ying-Mao Chen, siehe Chen, Ying-Mao
Yofè, J., und R. Finkelstein, Phosphat- und Sulfationen bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Calcium 124
Yoshimura, Y., siehe Kiba, T.
Young, J. C., J. R. Parsons und H. E. Reeber, Automatisches Gerät zur Bestimmung von Giftgasen in der Luft 209
Young, J. P., und J. C. White, Bestimmung geringer Zirkoniummengen 143

Zahn, H., und B. Wollemann, Nachweis von ε-Caprolactam 464
Zahradníček, M., D. Sekerková und S. Benešová, Anwendung von Mischindicatoren in der pharmazeutischen Analyse 60
Zall, D. M., D. Fisher und M. Q. Garner, Bestimmung von Chlorid in Wasser 212
Žarovskij, F. G., und A. T. Pilipenko, Bestimmung von Germanium 435. — Siehe auch Babko, A. K.
Zawadzka, H., siehe Lasiewicz, K.
Ziemann, J., siehe Kaltofen, R.
Zimmerman, E., und W. W. Brandt, Bestimmung der Konzentration von Schwefelsäure 151
Zitko, V., Colorimetrische Endpunktsbestimmung bei der Gerbstofftitration nach Löwenthal 58
Zubrzycki, Z. J., siehe Budzyński, A. Z.
Žuchovicki, A. A., siehe Krjukov, S. N.
Žuk, W., Ionenquelle zur Maßanalyse flüchtiger und nichtflüchtiger Substanzen 36. — Elektronenstoß-Ionenquelle für Massenspektrometer zur Gasanalyse 36
Zuman, P., siehe Březina, M.
Zýka, J., siehe Berka, A.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abgase, Bestimmung von Schwefeloxyden 210
Absorptionsspektrometrie, Anwendungsmöglichkeiten der Atom-Absorptionsspektrometrie 425
Abwasser, Bestimmung von Öl in Raffinerieabwasser 212
Acetaldehyd, jodometrische Bestimmung 382
Acetale, Verhalten im Massenspektrometer 451
Acetessigsäure, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 315; Nachweis in Urin und Serum 314
Aceton, Titrationskurve 383; Trennung von n-Hexan 361; Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 315; Nachweis in Urin und Serum 314; in Harn, Rückenmarksflüssigkeit und Blutserum 314; bromatometrische Bestimmung von Isopropanol neben Aceton 245

Acetonaphthone, Nachweis 315
Acetophenon, Nachweis 315; R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Acetovanillin, R_f-Wert und Farbreaktion des Dinitrophenylhydrazons 450
Acetoveratron, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Acetylacetonate, Extraktion 369
N'-Acetyl-N-bromdiäthylacetylharnstoff, Nachweis 232
Acetylcarbromal, Nachweis 232
Acetylcholinesterase, Bestimmung in Serum und Erythrocyten 78
2-Acetyldibenzothiophen, Nachweis 315
N-Acetylglucosamin, Bestimmung 54
Actinide, Absorptionsbanden in Wasser und Deuteriumoxyd 116
Acylase, Bestimmung 320
Adenin, polarographische Bestimmung 159
Adenylcytidylsäure, polarographische Bestimmung 159
Adrenalin, Bestimmung in Menschen-, Affen- und Hundeblutplasma 79
ÄDTA-Titrationen, zusammenfassender Bericht 39; Ableitung von Formeln 367; Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39; Verwendung von Pyridinazofarbstoffen als Indicatoren 44; von Omegachromschwarzblau G 328
Äpfel, Bestimmung von Ascorbinsäure 158
Äpfelsäure, R_f-Wert 176
Äthan, gaschromatographische Bestimmung 428
Äthanol, Bestimmung in Fischen zur Beurteilung der Verdorbenheit 200; Bestimmung in Körperflüssigkeiten 314; bromatometrische Bestimmung von Isopropanol neben Äthanol 245
Äthanol-Wassergemische, Bestimmung von Methanol 52
Ätherische Öle, Analyse 73; Nachweis schärfender Verbindungen im ätherischen Öl von Capsicum und Chilligewürzen 157
1-Äthinylcyclohexylcarbaminat, Nachweis 232
2-Äthylcrotonylharnstoff, Nachweis 232
5-Äthyl-5-(1-cycloheptenyl)-barbitursäure, Nachweis 232
Äthylendiamintetraessigsäure, Titration mit Zink 40; Bestimmung des Dinatriumcalciumsalzes 62; Bestimmung neben Phosphaten 418, 419; neben kondensierten Phosphaten 416; in alkalischen Reinigungsmitteln und Detergentien 301
Äthylendiamintetraessigsäure-Metallkomplexe, Verhalten an Anionenaustauschersäulen 367
Äthylendiamintetraessigsäure-Thoriumkomplexe, Verhalten an Anionenaustauschersäulen 367
Äthylenglykol-bis-aminoäthyläthertetraessigsäure, Anwendung zur Titration von Calcium neben Magnesium 124; zum Nachweis von Eisen und Vanadium 376
Äthylmethylketon, Bestimmung in Lacklösungsmitteln 301
α-Äthyl-α-phenylglutarimid, Nachweis 232
3-Äthyl-5-phenylhydantoin, Nachweis 232
Äthylxanthogenate, Extraktion 369
Affen, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im Blutplasma 79
Agglomerate, Bestimmung von Calcium 284
Aktivierungsanalyse, mit einer Antimon-Beryllium-Neutronenquelle 45
Alanin, Bestimmung in Weizen und Roggen 200
D,L-Alanin, R_f-Wert 172
Alberon, zur photometrischen Bestimmung von Aluminium 128
Albumin, Trennung in einem Dichtegradienten 398
Albumine, Verwendung von Radioalbumin zur Bestimmung des Blutvolumens 391
Alcopon, Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung 418
Aldehyde, gaschromatographische Charakterisierung 362; Papierelektrophorese aliphatischer Aldehyde 381; Titration der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 450; Unterscheidung aromatischer Aldehyde von aromatischen Ketonen 385
Aldosaccharide, Bestimmung in Körperflüssigkeiten 400
Aldosteron, R_f-Wert 240
Aliphatische Aldehyde, Papierelektrophorese 381
Aliphatische Mercaptane, Nachweis 315
Alizarin, Bestimmung 58
Alizarinrot-S, zur Bestimmung von Flourid 436
Alkalicarbonatlösungen, Verhalten von drei- und vierwertigem Cer 132
Alkalien, Abtrennung 362; Bestimmung der absorbierten Alkalien in synthe-

tischem Braunstein 292; Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung in Waschmitteln 420
Alkaliphosphat, Bestimmung von ÄDTA neben Alkaliphosphaten verschiedener Kondensationsgrade 419
Alkalität, Bestimmung im Meerwasser 211
Alkaloide, Farbreaktionen 72; Bestimmung 231; Bestimmung von Xanthopurinalkaloiden 69; elektrophoretische Trennung 69; elektrophoretische Trennung und Charakterisierung einiger Alkaloide von Solanaceen 236; oscillopolarographisches Verhalten von Colchicin, Colchicein und Demecolcin 236; Trennung der Curare-Alkaloide in Rinden und Wurzeln von Strychnos-Arten 234; Bestimmung in Futterlupinensamen 67
Alkohol, Bestimmung des Methanolgehaltes mit Schiffschem Reagens 321; Prüfung auf Benzol 231
Alkohole, unsymmetrische Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360; gaschromatographische Charakterisierung aromatischer und aliphatischer Alkohole 362; Bestimmung von Isopropanol in Gegenwart anderer Alkohole 241
Alkoxylgruppen, Mikrobestimmung 378
Alkoxysilane, Bestimmung des Zersetzungsproduktes Silanol 449
Alkylaluminium-Verbindungen, Analyse 50
Alkylbleichchloride, Abtrennung 380
Alkylbleinitrate, Abtrennung 380
Alkylzinnchloride, Abtrennung 380
Allobarbital, Bestimmung 62
Allylamin, unsymmetrische Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360
5-Allyl-5-sec.-butylbarbitursäure, Nachweis 232
Allylidendiacetat, Verhalten im Massenspektrometer 451
Aloe-Emodin, Bestimmung 59
Alphenal, Nachweis 231
Aluminate in der Analyse 38
Aluminium, Farbreaktion 330; Nachweis 41; Bestimmung 375; mit Oxinderivaten 42; polarographische Bestimmung 128; komplexometrische Bestimmung 129; Bestimmung neben Eisen 129; neben Eisen, Kupfer, Mangan, Titan, Calcium, Magnesium und Phosphat 129; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 113, 114; Abtrennung 154; 362; durch Ionenaustausch 429; Abtrennung von störenden Elementen bei der oscillopolarographischen Bestimmung 128; Bestimmung in Legierungen 216; in Kupferlegierungen 216, in Magnesiumlegierungen 216; in Zinklegierungen 216; in Stählen 128, 222; in Ferrosilicium, Silicaten, Dinas, Dolomit, Magnesit und Basifrit 226; in Siemens-Martinschlacke 291; in Niederdruckpolyäthylen 299; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Einwirkung von Magnesium auf die Zinkbestimmung in Aluminium 215; spektrochemische Bestimmung von Phosphor in Aluminium 357
Aluminium-Eisengruppe, Analyse von Metallen der Al-Fe-Gruppe 41
Aluminiumlegierungen, Analyse durch Neutronenaktivierung 214; Bestimmung von Magnesium 215; von Cer 132; von Phosphor 357
Aluminiumnitrat, Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, K, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Aluminiumoxyd, Bestimmung im Stahl 225; in Silicaten 279
Aluminon, zur Bestimmung von Uran 134
Alurat, Nachweis 231
Amberlite IR-120 H, zur Bestimmung von Barbituraten 62
Amberlite IRA 410, Verhalten gegen Chromsäure 273, 274
Ameisensäure, Abtrennung 452
Americium-241, Bestimmung in Plutonium-239 139
Amidophosphorsäure, Unterscheidung von anderen Phosphorsäurederivaten 145
Amidopyrin, Feuchtigkeitsbestimmung 24
Amine, Nachweis kleiner Mengen 380; unsymmetrische Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360; gaschromatographische Untersuchung aromatischer Amine 427
Amin-Formaldehydharze, Analyse 300
p-Aminobenzoesäureester, Bestimmung 385; Titration 384
Aminobenzoesäuren, Farbreaktionen der Diazoniumsalze mit Rutin und Quercitrin 233
ε-Amino-n-capronsäure, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140

Aminogruppen, Mikrobestimmung 378
Aminohydroxysäuren, colorimetrische Bestimmung 53
D,L-α-Aminoisobuttersäure, Einfluß auf die colorimetrische Bestimmung von Kieselsäure 140
4-Aminophenazon, Reaktion mit Phenolen 233
p-Aminophenylarsonsäure, Nachweis 455
Aminosäuren, papierchromatographische Bestimmung 237; Nachweis von Tryptophan neben anderen Aminosäuren 238
6-Aminothymol, zur Bestimmung von Thiamin 388
Aminoverbindungen, gaschromatographische Untersuchung aromatischer Aminoverbindungen 448
Ammoniak, Darstellung metallfreier Ammoniaklösung 42
Ammoniated Tincture of Opium, Bestimmung von Morphin 235
Ammonium, oscillopolarographische Bestimmung 35; Einfluß auf die Biuretbestimmung in Harnstoff 180
Ammoniumaurintricarboxylat, zur Bestimmung von Uran 134
Ammoniumchlorid, Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, K, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Ammoniumnitrat-Ammoniakat, Bestimmung von Jodat in flüssigem Ammoniumnitrat-Ammoniakat 440
Ammoniumsalze, Bestimmung von Calcium 371
Ammoniumverbindungen, Verwendung langkettiger quaternärer Ammoniumverbindungen als Reagentien auf Flavone 456; Nachweis quaternärer Ammoniumverbindungen 449
Amperometrie, zur Endpunktsanzeige coulometrischer Titrationen 434
Ampullen, Bestimmung von Reserpin 237
5-Amyl-5-(1-methylbutyl)-thiobarbitursäure, Nachweis 232
Amytal, Nachweis 231
Anämie, Nachweis von Radiocyanocobalamin im Schilling-Test auf perniciöse Anämie 202
Analyse, Auswahl rationeller Methoden 37; Analyse von Zweistoffgemischen 38; Bedeutung der Kristallkeimbildung 38; unlösliche Substanzen in der qualitativen Analyse 38; Anwendung der quantitativen Sedimentationsanalyse 369; Halbmikroanalyse anorganischer Stoffe 370; Anwendung der Extraktion in der anorganischen Analyse 369; Brauchbarkeit von Rubeanwasserstoffderivaten 368; heutiger Stand der organischen Mikroanalyse 378; Stoffgruppenanalyse von Moorböden und Sandmischkulturen 287; Analyse in Pharmazie und Medizin 230
Analytische Chemie, Handbuch, 3. Teil, Bd. V b, VI b α (Fresenius u. Jander) 355 [L]; Proceedings of the Congress on Modern Analytical Chemistry in Industry (Soc. for Analyt. Chemistry) 276 [L]
Ananassaft, Säurebestimmung 197
Anatas, Bestimmung in Titanweiß 281
Anilinabkömmlinge, Titration 384
Anilinpunkt, Bestimmung in Fetten 155
Anionen, papierchromatographische Trennung 362; Abtrennung von Fluorid 438
Anionenaustauscher, Verhalten von Metall-Äthylendiamintetraessigsäure-Komplexen 367
Anisaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
p-Anisidin, Bestimmung 385
Anorganische Bestandteile, Bestimmung in Knochen 393
Anorganische Chemie, Lehrbuch, 40. bis 46. Aufl. (Holleman-Wiberg) 370 [L]
Anorganische Fällungsprodukte, zur Herstellung von Membranelektroden 433
Anorganische Ionen, Absorptionsbanden in Wasser und in Deuteriumoxyd 116
Anorganische Reduktionsmittel, Bestimmung 106
Anorganische Stoffe, qualitative Halbmikroanalyse 370; Fluorescenzanalyse 358; Nachweis von Calcium 124
Anthraflavinsäure, Bestimmung 59
Anthragallol, Bestimmung 59
Anthrapurpurin, Bestimmung 59
Anthrarufin, Bestimmung 59
Anthrazit-Kohlenaschen, Bestimmung von Arsen 295
Antibiotica, Bestimmung 231; Analyse der Streptothricin-Antibiotica und des Penicillins 73
Antimon, Nachweis 141; Extraktion des Carbminates aus stark saurer Lösung 402; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Bronze und Messing 212; in Weißmetall 219
Antimon(III), Bestimmung 431; Einfluß auf die Germaniumbestimmung 347

Antimon-Beryllium-Neutronenquelle, zur Aktivierungsanalyse 45
Antimonfluoride, Bestimmung von Fluor 437
Antipellagra-Vitamin, Bestimmung in Lebensmitteln 202
Antipyrin, Halogenierung mit Interhalogenverbindungen 378
Antrazo-Reagentien zur Bestimmung von Zinn 37
Aortenwand, Bestimmung der Zusammensetzung der Fettstoffe 393
APANS, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
Apfelsinen, Bestimmung von o-Hydroxydiphenyl 390
Apomorphin, Abtrennung 235
Aprobarbital, Bestimmung 62
L-Arabinose, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139
Arginin, Bestimmung in biologischem Material 239
L-Arginin, R_f-Wert 172
Argirol, Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber 61
Argon, gaschromatographische Bestimmung 361, 428; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229
Arsen, Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Bestimmung als 12-Molybdoanion 140; durch Sedimentationsanalyse 369; in Anthrazit-Kohlenaschen 295; Mikrobestimmung in Petroleumfraktionen und Katalysatoren 463
Arsen(III), Bestimmung 424, 431; Einfluß auf die Germaniumbestimmung 347
Arsen(V), Bestimmung 145
Arsenat, Bestimmung neben Jodat, Perjodat und Bromat 440; Abtrennung 362; Untersuchung unlöslicher Arsenate 38
Arsenazo, zur Bestimmung von Seltenen Erden 131
Arsenige Säure, Anwendung zur Bestimmung von Chlorat mit Osmiumtetroxyd als Katalysator 439; Titration 434
Arsenit, Bestimmung 195, 265
Arsen(III)-oxyd, Titration 108
Arsensäure, Nachweis von Arsensäure und ihren organischen Derivaten 455
o-Arsonophenylazo-chromotropsäure, zur Bestimmung von Beryllium 123
3-(2-Arsonophenylazo)-4,5-dihydroxy-2,7-naphthalindisulfonsäure, zur Bestimmung von Seltenen Erden 131
1-(o-Arsonophenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfonsäure, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
Arsonsäuren, Nachweis 455
Artane (Arthan), Untersuchung 64
Arterienwand, Bestimmung der Zusammensetzung der Fettstoffe 393
Arylbleichloride, Abtrennung 380
Arylbleinitrate, Abtrennung 380
Arylzinnchloride, Abtrennung 380
Arzneimittel, derivatographische Untersuchung von granulierten Arzneimitteln 19; papierchromatographisches Verhalten das Zentralnervensystem beeinflussender Arzneimittel 63
Asche, Bestimmung in Teer und Teerpech 458; Bestimmung von Arsen in Anthrazit-Kohlenaschen 295; Analyse von Pflanzenasche 294
Ascorbigen, Nachweis und Bestimmung in Blumenkohl und Kohl 157
Ascorbinsäure, Verwendung als Reagens auf Titan 3; Bestimmung 40; Titration 203; Bestimmung in Äpfeln 158
L-Asparagin, R_f-Wert 172
Asparaginsäure, Bestimmung 237
DL-Asparaginsäure, R_f-Wert 172
Atom-Absorptionsspektrometrie, Anwendungsmöglichkeiten 425
Atomgruppen, Mikrobestimmung einiger Atomgruppen 446
Atomkernreaktoren, Analyse verbrauchter Brennelemente 228
Atropin, elektrophoretische Abtrennung 69
Auermetall, Bestimmung von Cer 132
Augenwässer, Bestimmung von Kaliumnitrat 61
Aurintricarbonsäure, zur Bestimmung von Beryllium 123
Azacyclonol, papierchromatographisches Verhalten 63
Azo-bis-iso-butyronitril, Bestimmung 451; in Vinylbutyl- und Methylmethacryläther 464
Azofarbstoffe, zur Thoriumbestimmung 133

Bakterienhyaluronidase, Bestimmung der Aktivität 160
Barbital, Nachweis 231
Barbiturate, Bestimmung mit Hilfe von Kationenaustauschern 62
Barbitursäurederivate, Nachweis und Differenzierung 231
Barium, Farbreaktion 330; oscillopolarographische Bestimmung 35; Bestimmung als Sulfat 81; Bestim-

mung durch Sedimentationsanalyse 369; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 113; Einfluß auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Barium-133, Bestimmung 46
Bariumcarbonat, Bestimmung der Aktivität von Kohlenstoff-14-Bariumcarbonat 45
Bariumsulfat, Verwendung zur Herstellung von Membranelektroden 433; spektralanalytische Bestimmung im Elektrodenmaterial von Bleiakkumulatoren 292
Barsch, Beurteilung der Verdorbenheit 200
Base-Säure-Titration, vollautomatische Titriereinrichtung 48
Basifrit, Bestimmung von Aluminium und Eisen 226
Bathophenanthrolin, siehe 4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin
Bauxite, Beurteilung mit dem Röntgendiffraktometer 285
Beerensaft, Säurebestimmung 197
Benzaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Benzathin-Penicillin, Bestimmung 237
Benzimidazol, zur Bestimmung von Silber 121
Benzin, Verwendung als Lösungsmittel für die Titration von Phenolen und Carboxylsäuren 384; Prüfung auf Benzol 231
Benzoesäure, Abtrennung 451
Benzol, Verwendung als Lösungsmittel zur Titration von Phenolen und Carboxylsäuren 384; Titrationskurve 383; Bestimmung in Petroläther, Benzin und Alkohol 231; Bestimmung des Deuteriumgehaltes im Deuterobenzol 48
1,2,3-Benztriazol, zur Fällung von Osmium 446
α-Benzyldioxim, zur Bestimmung von Palladium 377
Benzyl-β-phenyläthylaminhydrochlorid Reaktion mit Penicillin 73
Berberitzensaft, Säurebestimmung 197
Bernsteinsäure, R_f-Wert 176; Bestimmung in Fischen zur Beurteilung der Verdorbenheit 200
Beryllium, Farbreaktion 330; spektralphotometrische Bestimmung 123; Mikrobestimmung mit Aurintricarbonsäure 123; Abtrennung 362; Einfluß auf die Thorium- und Zirkoniumbestimmung 256
Beryllium-Antimon-Neutronenquelle zur Aktivierungsanalyse 45
Berylliumchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Betain, Bestimmung von Carnitin neben Betain 395
Bilirubin, Bestimmung im Serum Neugeborener 319
Binäre Gemische, Untersuchung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)-nitrat 109
Biochemische Analyse, Methoden (Glick) 305 [L]
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung von Bromiden 310; von Aceton, Acetessigsäure und β-Hydroxybuttersäure 315
Biologisches Material, Bestimmung kleinster Kupfermengen 391; von Kupfer und Kobalt 73; von Magnesium 425; von Calcium 306; von Vanadium 309; von Jod 311; von Arginin 239; von Carnitin neben Cholin und Betain 395; von Glucose 399; von Vitamin C 203; von Parathion und p-Nitrophenol 315
Bismuthiol II, zur Bestimmung von Palladium 377
Biuret, spektralphotometrische Bestimmung in Harnstoff 178
Blasensteine, Analyse 307
Blei, Anwendung als Indicator bei amperometrischen Titrationen mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 41; Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Bestimmung 39, 331; in perchlorsaurer Lösung 141; mit Phenylhydrazindithiocarbaminsäure 43; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35; Bestimmung durch γ-Strahlenspektroskopie 358; Titration mit Thioacetamid 122; chelatometrische Bestimmung mit Pyridinazofarbstoffen als Indicatoren 44; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; komplexometrische Bestimmung neben Quecksilber 354; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung in der Analyse 41; Bestimmung in Bronze und Messing 212; in reinstem Zink 213; in Weißmetall 219; in Schneidstählen 223; in Pyriten, Markasiten und Kiesabbränden 281; in Siccativen 296; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Blei-210, Abtrennung 367

Blei(IV)-acetatlösungen, zu Titrationen 40
Bleiakkumulatoren, Bestimmung von Bariumsulfat im Elektrodenmaterial 292
Bleichlorid, R_f-Wert 381
Bleinitrat, R_f-Wert 381
Bleitetraphenyl, R_f-Wert 381
Blumenkohl, Bestimmung von Indol-3-carbonsäure, Ascorbigen und 3-Indolylacetonitril 157
Blut, Bestimmung des Blutvolumens 391; Bestimmung von Kupfer und Kobalt in Vollblut 73; von Phosphorverbindungen in Kinderblut 309; des Sauerstoffpartialdruckes in vivo 310; von ^{51}Cr und ^{131}J 310; von Bromiden 311; von Xylose 398; von Glucose 399; von Glucose in Fischblut 399; von Aldosachariden 400; von Parathion und p-Nitrophenol in Vollblut 315
Blutplasma, wäßrige Permanganatlösung als Filter bei der flammenphotometrischen Bestimmung von Kalium 391; Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 79
Blutserum, Bestimmung von Magnesium 306; Nachweis von Methylketonen 314
Boden, Bestimmung der Radioaktivität 286; von Magnesium 287, 288; der Stoffgruppen in Moorböden und Sandmischkulturen 287
Bodenextrakte, Bestimmung von Magnesium 288
Bodenproben, Bestimmung von DDT 294
Böhmit, Untersuchung mit dem Röntgen-Diffraktometer 285
Bor, rasche Bestimmung 127; Bestimmung von elementarem Bor 372; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in Stählen 222; Einfluß auf die Germaniumbestimmung 347
Borat, Bestimmung im Meerwasser 211
Borsäure, amperometrische Bestimmung 371
Braunkohlenlagerstätten, Bestimmung von Eisen und Titan in titanhaltigen Tonen von Braunkohlenlagerstätten 285
Braunkohlenteere, Untersuchung der Phenolfraktionen 458
Braunstein, Bestimmung der adsorbierten Alkalien in synthetischem Braunstein 292
Brennelemente, Analyse in Atomkernreaktoren 228
Brenngas, Beeinflussung der Lanthanoxydbanden 292
Brennmaterial von Homogenreaktoren, Bestimmung von Uran und Kupfer 227
Brenzcatechin, Farbreaktion mit Titan 343, 344
Brenzcatechin-3,5-disulfonsäure, Farbreaktion des Dinatriumsalzes mit Titan 343; siehe auch Tiron
Brenzcatechin-germaniumsäure, zur maßanalytischen Bestimmung von Germanium 346
Brenzcatechinviolett, zur Bestimmung geringer Zirkoniummengen 143
Brom, Bestimmung in Zinksulfidphosphoren 290
Bromat, Bestimmung neben Jodat, Perjodat und Arsenat (bzw. Chromat) 440
Bromderivate, gaschromatographische Charakterisierung gesättigter, ungesättigter und aromatischer Bromderivate 362
Bromdiäthylacetylharnstoff, Nachweis 232
Bromide, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 310
Bromisovalum, Nachweis 232
Brommonochlorid, Anwendung zur Halogenierung organischer Verbindungen 378, 379; Bestimmung von Hydrazin und seinen organischen Derivaten 143
Bronze, Bestimmung von Cu, Pb, Sn und Sb 212
Brucin, Verwendung als Indicator in der Cerimetrie 44, 422; Abtrennung 235; elektrophoretische Abtrennung 69; Bestimmung in Strychninpräparaten 70
Bürette für reduktometrische Titrationen 47
n-Butan, gaschromatographische Bestimmung 428
2-Butanon, Nachweis 315
Butisol, Nachweis 231
Butter, Bestimmung des Wassergehaltes 156; des Milch-Trockenmassegehaltes und des Fettgehaltes 156
sek.-Butylbenzol, Identifizierung in Erdölprodukten 461
n-Butylcarbamylsulfanilamid, Bestimmung 232
Butylhydroxytoluol, Nachweis in Schweineschmalz 198

Cadion, zur Bestimmung von Quecksilber 371

Cadmium, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Bestimmung 42, 331; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35; chelatometrische Bestimmung mit Pyridinazofarbstoffen als Indicatoren 44; komplexometrische Bestimmung neben Quecksilber 354; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Trennung von Zink und Quecksilber 126; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Tl, Fe und Cu in Cadmium 213
Cadmium-109, Bestimmung 46
Cadmiumchlorid, Trennung von Nickel- und Kobaltchlorid 41
Cadmiumchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Cadmium-Zinnlegierungen, Bestimmung von Thallium 217
Caesium, Einfluß auf die Strahlungsintensität von K, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Caesium-137, Bestimmung 46
Calcium, Farbreaktion 330; spezifischer Nachweis 123; Bestimmung 331; Einfluß von Phosphat- und Sulfationen bei der flammenphotometrischen Bestimmung 124; komplexometrische Bestimmung 125; 368; Bestimmung neben Magnesium 124; neben Magnesium- und Ammoniumsalzen 371; neben Magnesium und Sulfat 125; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 113, 114; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Agglomeraten, Kalkstein, Dolomit und Schlacken 284; in Dolomit und Kalkstein 283; in Hochofenschlacken und feuerfestem Material 291; in Siemens-Martinschlacke 291; in Siccativen 296; in biologischem Material 306; Einfluß auf die Titanbestimmung 7; auf die Thorium- und Zirkoniumbestimmung 256; Bestimmung von Aluminium neben Calcium 129
Calciumäthylendiamintetraacetat, Bestimmung des Dinatriumsalzes 62
Calciumgluconat, Bestimmung 40
Calciumoxalat-Calciumphosphat-Blasensteine, Analyse 307
Calciumoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Calciumtetracemat, Bestimmung des Dinatriumsalzes 62
Calcon, Indicator bei der Bestimmung von Calcium neben Magnesium 124
DL-Canadin, papierchromatographische Trennung der optischen Isomeren 72
ε-Caprolactam, Bestimmung im Caprolactam-Polymer 464
Caprolactam-Polymere, Nachweis von ε-Caprolactam 464
Capsicum, Nachweis von schärfenden Verbindungen im ätherischen Öl 157
Carbamidate, Untersuchung über disubstituierte Dithiocarbamidate 410
Carbonate, Bestimmung neben Hydrogencarbonaten 373; Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln 419
Carbonsäureanhydridgruppe, Bestimmung 446
Carbonsäuren, Abtrennung 451
Carbonylgruppen, Mikrobestimmung 378
Carbonylverbindungen, Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone aromatischer Carbonylverbindungen 449
2-(4-Carboxy-3-hydroxyphenylazo)-1,8-dihydroxy-naphthalin-3,6-disulfonsäure, zur Bestimmung von Thorium 133
2-Carboxy-2′-hydroxy-5′-sulfoformazylbenzol, siehe Zincon
Carboxy-2-isonitrosoacetanilid, zum Nachweis und zur Bestimmung von Kobalt 443
Carboxylsäuren, potentiometrische Titration 384
Carboxymethylcellulose, Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln 419
Carbromal, Nachweis 232
Carnitin, Bestimmung neben Cholin und Betain in biologischem Material 395
D-Catechin, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Cellulose, Bestimmung in städtischem Müllkompost 303
Cer, Farbreaktion 330; Mitfällungserscheinungen 131; polarographisches Verhalten von Cer(III) und Cer(IV) in Alkalicarbonatlösungen 132; Abtrennung 362; Bestimmung in Gemischen von Seltenen Erden 372; in Legierungen und technischen Produkten 132
Cer(III), Einfluß auf die Thorium- und Zirkoniumbestimmung 256
Cer(IV), Abtrennung bei der Thorium- und Zirkoniumbestimmung 256
Cerchromit, Untersuchung in der Analyse 38

Cerebrospinalflüssigkeit Bestimmung von Calcium 306; von Chlorid 310; von Bromiden 311; Nachweis von Methylketonen 314; Bestimmung von Glucose 399; der Fettstoffe 393
Cerimetrie, Anwendung von Brucin als Indicator 44, 422; von Siloxen als Chemilumineszenzindicator 263
Cermetall, Bestimmung von Cer 132
Cer-Mischmetall, Analyse 376
Cer(IV)-sulfat, Oxydationsmittel zur Titration von Molybdän(V) 161
α-Chaconin, Farbreaktion 72
Chelatometrie, zusammenfassender Bericht 39; Ableitung von Formeln 367; Anwendung von 1,2-Diaminocyclohexantetraacetat 368; Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39; Anwendung Pyridinazofarbstoffe als Indicatoren 44; von Omegachromschwarzblau G 328
Chemilumineszenz-Indicatoren, Verwendung von Siloxen in der Permanganometrie 187; in cerimetrischen und chromatometrischen Titrationen 263
Chemisches Zentralblatt, Das System (Pflücke) 356 [L]
Chilligewürze, Nachweis von schärfenden Verbindungen im ätherischen Öl 157
Chinalizarin, Bestimmung 59
Chinesischer Ton, Bestimmung von Lithium 281
Chinizarin, Bestimmung 58
Chinon, Bestimmung 47; polarographische Reduktion 456
Chlor, Titration von elementarem Chlor 434; Bestimmung in Zinksulfidphosphoren 290
Chloralhydrat, Bestimmung 53
Chloraluminiumisopropylat, zur Titration von Anilin- und Pyridinderivaten 384
Chlorat, Bestimmung mit arseniger Säure und Osmiumtetroxyd als Katalysator 439
Chlorchinon, Bestimmung und Verteilung im menschlichen Gewebe 318
Chlorderivate, gaschromatographische Charakterisierung gesättigter, ungesättigter und aromatischer Chlorderivate 362
Chlorid, Bestimmung in Wässern 212; in Körperflüssigkeiten 310
Chloroform, Beständigkeit der Diäthyldithiocarbaminsäure beim Schütteln von Chloroformlösungen mit wäßrigen Mineralsäuren 410
Chlorogensäure, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Chlorokupfer(I)-Ionen, zur Titration von Gold 122
Chlorophyll, Trennung von Chlorophyll a und b 457
Chloroplasten-Pigmente, papierchromatographische Trennungsverfahren 296
Chloroprocain, Reaktion mit Penicillin 73
6-Chlor-7-sulfanil-1,2,4-benzothiadiazin-1,1-dioxyd, Bestimmung 64
Chlorthiazid, Bestimmung 64
Chlorwasserstoff, Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, K, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Cholesterin, Bestimmung in Tier- und Pflanzenfetten 388
Cholesterinester, analytische Kennzahlen von Cholinestern höherer Fettsäuren 454
Cholin, Bestimmung von Carnitin neben Cholin 395
Chondroitinschwefelsäure, Analyse 54
Chrom, Oxydation 153; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Bestimmung durch photometrische Titration 147; Abtrennung 362; von Titan 142; Abtrennung isomerer cis-trans-Komplexverbindungen 377; Bestimmung von ^{51}Cr in Blut 310; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Chrom(III), Bestimmung von Sulfat in Anwesenheit von Chrom(III) 375
Chromarsenat in der Analyse 38
Chromat, Schnellbestimmung 153; Bestimmung neben Jodat, Perjodat und Bromat 441; Abtrennung 362
Chromatographie, zur Trennung geringer Substanzmengen 430; Verwendung von Ionenaustauschchromatographie für präparative und analytische Trennungen 429; Kammer für die Papierchromatographie mit einfacher thermischer Abschirmung 16; Auswertung von Chromatogrammen mit Hilfe von Diapositiven 404; von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen (Neher) 306 [L]
Chromatometrie, Anwendung von Siloxen als Chemilumineszenzindicator 263
Chromazurol S, Anwendung als Indicator bei der chelatometrischen Bestim-

mung von Aluminium und Eisen(III) 129
Chromite in der Analyse 38
Chromotropsäure, als Reagens auf Titan 2; Farbreaktion des Dinatriumsalzes mit Titan 343
Chromoxyd, Bestimmung im Stahl 225
Chromphosphat in der Analyse 38
Chromsäure, Resistenzgrenze bei der Abtrennung mit Ionenaustauschern 271
Chronopotentiometrie, Anwendungen 432; Verwendung der Graphitelektrode 432; zur Untersuchung von Sulfa-Drogen 232
Chrysazin, Bestimmung 59
Chrysophansäure, Bestimmung 59
Circulargaschromatographie, Anwendung 361
Citronenöl, Untersuchung 73
Citronensäure, R_f-Wert 176
Citrusöle, Untersuchung 73
Citrussaft, Säurebestimmung 197
Cocain, Abtrennung 235; elektrophoretische Abtrennung 69
Codein, Abtrennung 235
Coffein, Bestimmung 69; elektrophoretische Abtrennung 69; Feuchtigkeitsbestimmung 24
Colchicein, oscillopolarographisches Verhalten 236
Colchicin, Farbreaktion 72; Nachweis 235; oscillopolarographisches Verhalten 236
Colloquium Spectroscopicum Internationale VI, Amsterdam 1956, Proceedings (v. Tongeren, Freese und van Someren) 356 [L]
Compound Camphorated Linctus of Opium, Bestimmung von Morphin 234
XV Congresso International de Quimica Pura e Aplicada, Lissabon 1956, Bd. I. 356 [L]
Coproporphyrin, Nachweis und Bestimmung im Harn 400; des Methylesters im Harn 319
Corticosteroide, papierchromatographische Trennung 240
Cortison, R_f-Wert 240
Cortisonacetat, R_f-Werte 240
Coulometrie, Grundlagen 433; mit amperometrischer Endpunktsanzeige 434
Cuminaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Curare-Alkaloide, Trennung in Rinden und Wurzeln von Strychnos-Arten 234
Cyanat, Reagens zur Analyse chromhaltiger Erze und Legierungen 277
Cyanhydrine, quantitative Bestimmung 184
Cyanide, Bestimmung 153; mercurimetrische Bestimmung 258
Cyanocobalamin, Nachweis im Schillingtest auf perniciöse Anämie 202
Cyanoferrat(II), Titration 108
Cyanoferrat(III), coulometrische Bestimmung 102
Cyanwasserstoff, Bestimmung in Gasen 258
1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure, zur Bestimmung von Eisen(III) 441
1,2-Cyclohexandiondioxim, zur Bestimmung von Palladium 377
Cyclohexanonoxim, Bestimmung 60
Cyclohexyltrichlorsilan, Analyse 50
Cyclopal, Nachweis 231
Cystin, Nachweis in Blasensteinen 307
L-Cystin, R_f-Wert 172
Cytosin, polarographische Bestimmung 159

DDT, Bestimmung in pflanzlichem Material und Bodenproben 294
Delvinal, Nachweis 231
Demecolcin, Farbreaktion 72; oscillopolarographisches Verhalten 236
Demissin, Farbreaktion 72
Derivatographie, Untersuchung von Arzneipulvern und Arzneimitteln 19
Desacetyldigilanid A und B, Abtrennung 67
Deserpidin, Farbreaktion 72
11-Desoxycorticosteron, R_f-Werte 240
11-Desoxycorticosteronacetat, R_f-Werte 240
11-Desoxycortison, R_f-Werte 240
11-Desoxycortisonacetat, R_f-Werte 240
Desoxycytidylsäure, polarographische Bestimmung 159
Detergentien, Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 301
Deuterium, Untersuchung von Gemischen mit Wasserstoff und Tritium 116; Bestimmung in Deuterobenzol 48
Deuteriumoxyd, Lage und Temperaturabhängigkeit der Absorptionsbanden 116
Deuterobenzol, Bestimmung des Deuteriumgehaltes 48
Diacylperoxyde, Abtrennung 449
Diäthoxymethan, Verhalten im Massenspektrometer 451
Diäthylbleichlorid, R_f-Wert 381
Diäthylbleinitrat, R_f-Wert 381
Diäthyldithiocarbaminat, Anwendung zur Bestimmung von Kupfer in biologischem Material 391; Verwendung

von Blei als Indicator bei amperometrischen Titrationen mit Diäthyldithiocarbaminat 41; Extraktion von Diäthyldithiocarbaminaten 369
Diäthyldithiocarbaminsäure, Beständigkeit beim Schütteln von Lösungen in Tetrachlorkohlenstoff und Chloroform mit wäßrigen Mineralsäuren 410
Diäthylmalonsäurediäthylester, Bestimmung 302
Diäthylmalonsäurediäthylester, Bestimmung von verschiedenen Zwischenprodukten im technischen Erzeugnis 302
3,3-Diäthyl-5-methyl-piperidin-2,4-dion, Nachweis 232
Diäthylrubeansäure, Reagens auf Kobalt, Nickel, Palladium und Ruthenium 445
Diäthylzinnchlorid, R_f-Wert 381
Dial, Nachweis 231
Dialkyldithiophosphorsäuren, Bestimmung 303
Dialkylperoxyde, Abtrennung 449
Dialkylphosphorsäuren, Bestimmung 303
Dialkylsulfide, Bestimmung 446
Dialkylthiophosphorsäuren, Bestimmung 303
Diallylamin, unsymmetrische Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360
Diamidophosphorsäure, Unterscheidung von anderen Phosphorsäurederivaten 145
1,2-Diaminocyclohexantetraacetat, Anwendung in der Komplexometrie 368
1,2-Diaminocyclohexan-tetraessigsäure, zum Nachweis von Kobalt 376
2,6-Diaminopyridin, Bestimmung 385
o-Dianisidin, Anwendung zum Nachweis und zur colorimetrischen Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 442; als Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Eisen-(III) 129
Diapositive zur Auswertung von Chromatogrammen 404
Diaspor, Untersuchung mit dem Röntgen-Diffraktometer 285
Dibenzoylmethan, zur colorimetrischen Bestimmung von Uran(VI) 135
N,N′-Dibenzyläthylendiamindihydrochlorid, Reaktion mit Penicillin 73
2,6-Dichlorchinon-4-chlorimin, Reagens zum Nachweis von Phenol 455
Dichlorsulfodimethylhydroxyfuchsondicarbonsäure, zur Bestimmung von Aluminium 128
Dichromat, Titration 434
Differential-Voltammetrie am hängenden Quecksilbertropfen 36
Diffusionsströme, nichtadditive polarographische Diffusionsströme 34
Digitalisglykoside, papierchromatographische Trennung 66
Digitalis lanata, Trennung von Digitoxin und Digoxin 66
Digitalis purpurea, Trennung der wirksamen Glykoside 67
Digitoxin, Abtrennung 67; Trennung von Digoxin 66
Digoxin, Trennung von Digitoxin 66
N,N′-Di-β-hydroxyäthyl-rubeanwasserstoffsäure, Anwendung in der Analyse 368
1,2-Dihydroxy-3,5-benzoldisulfonsäure, Reagens auf Titan 2
Dihydroxymaleinsäure, Reagens auf Titan 3
2,3-Dihydroxynaphthalin, Farbreaktion mit Titan 343, 344
2,3-Dihydroxynaphthalin-6-sulfonsäure, Farbreaktion des Natriumsalzes mit Titan 343, 344
4,5-Dihydroxy-2,7-naphthalinsulfonsäure, Reagens auf Titan 2
Dihydroxyphenylalanin, Farbreaktion 239
N,N′-Di-isoamyl-rubeanwasserstoffsäure, Anwendung in der Analyse 368
Diisodecylphthalat, als stationäre Phase in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360
Diisopropyläther, papierchromatographische Trennung von Metallionen mit dem System Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser 430
3,5-Dijodthyronin, Farbreaktion 239
Dijodtyrosin, Farbreaktion 239
Dimedon, Bestimmung 451
Dimethoxymethan, Verhalten im Massenspektrometer 451
2,2-Dimethoxypropan, Verhalten im Massenspektrometer 451
Dimethylacetal, Verhalten im Massenspektrometer 451
p-Dimethylaminoazophenylarsonsäure, Nachweis 455
Dimethylbenzoylsulfanilamid, Kristallreaktionen 64
Dimethylbleichlorid, R_f-Wert 381
5,5-Dimethyl-1,3-cyclohexandion, Bestimmung 451
Dimethyldiäthoxysilan, Analyse 50
Dimethyldichlorsilan, Analyse 50
Dimethyl-dodecyl-3,4-dichlorbenzylammoniumchlorid, als Reagens auf Flavone 456

Dimethylgelb, Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 60
Dimethylglyoximate, Extraktion 369
Dimethylrubeansäure, Reagens auf Kobalt, Nickel, Palladium und Ruthenium 445
Dinas, Bestimmung von Aluminium und Eisen 226
Dinatriumäthyl-bis-(5-tetrazolylazo)-acetattrihydrat, zur Bestimmung von Kupfer und Nickel 120
2.4-Dinitrophenylhydrazin, Bestimmung 451; R_f-Wert 450
2,4-Dinitrophenylhydrazone, papierchromatographische Trennung von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen aromatischer Carbonylverbindungen 449; potentiometrische Bestimmung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone von Aldehyden und Ketonen 450
Dioxan, Lösungsmittel für die Titration von Phenolen und Carboxylsäuren 384
α-Dioxime zur Nickelbestimmung 37
Diphenylamin, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nitraten und Nitraminen 145
Diphenylbenzidin, Indicator zur Titration von Molybdän(V) mit Cer(IV)-sulfat 162; mit Natriumvanadat 166
Diphenylbleichlorid, R_f-Wert 381
1,5-Diphenylcarbohydrazid, zur Bestimmung von Kupfer 392
5,5-Diphenylhydantoin, Nachweis 232
4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin, zur Bestimmung von Eisen im Serum 313; im Urin 392
Diphenyltolidin-o,o′-dicarbonsäure, zur Bestimmung von Hexacyanoferrat-(III) neben Hexacyanoferrat(II) 443
Diphenylzinnchlorid, R_f-Wert 381
Di-n-propoxymethan, Verhalten im Massenspektrometer 451
Dissoziationskonstante, Bestimmung in organischen Verbindungen 491
Disulfide, Bestimmung 446
Dithiocarbaminate, Untersuchungen über disubstituierte Dithiocarbaminate 410
Dithizon, zur Bestimmung von Thallium 373; von Halogenid- und Cyanidionen 153
Dithizonate, Extraktion 369
Diverssche Flüssigkeit, Titration von Silbernitrat mit Natriumsulfidlösung in Diversscher Flüssigkeit 121; Bestimmung von Jodat in Diversscher Flüssigkeit 440
Dolomit, Bestimmung von Calcium 284; von Calcium und Magnesium 283; von Aluminium und Eisen 226
Doppelbindungen, Mikrobestimmung 873
Doppelschicht, Anwendung von Messungen der elektrischen Doppelschicht 433
Dragees, Bestimmung von Reserpin 237
Drogen, chronopotentiometrische Untersuchung von Sulfa-Drogen 232
Düngemittel, Bestimmung von Kalium 288; von Phosphor 288, 289; von Harnstoff in phosphorsäurehaltigen Mischdüngemitteln 289
Dulcit, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140

Ectylharnstoff, Nachweis 232
Ei, Nachweis der beginnenden Verderbnis in Konserven 200
Einschlußverfahren, Thermochromatographie über Einschlußverfahren 426
Eisen, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Mitfällung mit Bariumsulfat 84; Nachweis mit Äthylenglykol-bis-(β-aminoäthyläther)-N,N′-tetraessigsäure 376; Bestimmung 42, 47, 375; Untersuchung mit übergroßen Spektralgeräten 222; komplexometrische Bestimmung 368; Analyse von Gemischen mit Molybdän und Wolfram 37; Bestimmung von metallischem Eisen neben Eisen-(II)- und Eisen(III)-oxyd 441; Abtrennung 362; durch Ionenaustausch 429; selektive Abtrennung 375; Trennung von Seltenen Erden 376; Bestimmung in Cadmiummetall 213; von Spuren in Reinstwismut 221; in Gußeisen 222; in Ferrosilicium, Silicaten, Dinas, Dolomit, Magnesit und Basifrit 226; in titanhaltigen Tonen 285; in Stärke und Stärkesirupen 198; in Serum 313; im Urin 392; Einfluß auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Aluminium neben Eisen 129; von Silicium 223
Eisen(II), Bestimmung 192, 431; Titration mit Dichromatlösung 267; Abtrennung von Titan 142; Bestimmung in Silicaten 280
Eisen(III), photometrische Bestimmung mit 1,2-Cyclohexandiamintetraessigsäure 441; Bestimmung durch focussierenden Ionenaustausch 366; komplexometrische Bestimmung 129; Abtrennung 154; durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Siemens-Martin-

schlacke 291; Einfluß auf die Germaniumbestimmung 347; auf die Bestimmung von Titan 345
Eisen(III)-alaun, zur Titration von Molybdän(V) 248
Eisen-Aluminium-Gruppe, Analyse von Metallen der Fe-Al-Gruppe 41
Eisenoxyd, Bestimmung im Stahl 224, 225
Eisen(II)-oxyd, Bestimmung von metallischem Eisen neben Eisen(II)-oxyd 441
Eisen(III)-oxyd, Bestimmung in Silicaten 279; Bestimmung von metallischem Eisen neben Eisen(III)-oxyd 441
Eiweißstoffe, Abtrennung aus Humanserum 397; chemische Differenzierung in Weizen und Roggen 199
Electroanalytical Chemistry (Lingane) 357 [L]
Elektroden, voltammetrische Studien mit Graphit-Indicatorelektroden 46
Elektrodenheizblock zur Lösungsspektralanalyse 357
Elektrodenmaterial von Bleiakkumulatoren, Bestimmung von Bariumsulfat 292
Elektronenbeugung, Anwendungsgebiet 425
Elektronenmikroskopie, Anwendungsgebiet 425
Elektronenstoß-Ionenquelle für Massenspektrometer in der Gasanalyse 36
Elementaranalyse, Stand der organischen Elementaranalyse 378; Bestimmung von Deuterium in Deuterobenzol 48; von Quecksilber in organischen Verbindungen 354; von Stickstoff nach Kjeldahl 49; Automatisierung der Stickstoffbestimmung nach Pregl 27; Bestimmung von Stickstoff in Petroleumdestillaten 461; verschiedene Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung 406
Elemente, wechselseitiger Einfluß auf die Strahlungsintensität in Flammen 424
Eluiersäulen, kontinuierliche Abnahme von in Eluiersäulen getrennten Zonen 363
Emodin, Bestimmung 59
Entladungsmethoden, zur Zonenlokalisation in Papierchromatogrammen 430
Erdalkalien, Nachweis 41; Abtrennung 362; Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung in Waschmitteln 420
Erdnußproteine, elektrophoretische Trennung 396
Erdöl, Untersuchung 461; Zerlegung der aromatischen Extrakte der Kerosen- und Gasölfraktion 461; Bestimmung von Stickstoffspuren 33
Erdölprodukte, Untersuchung 461
Ergocornin, Abtrennung 71
Ergocristin, Farbreaktion 72; Abtrennung 71
Ergokryptin, Abtrennung 71
Ergometrin, Abtrennung 71
Ergosin, Abtrennung 71
Ergotamin, Farbreaktion 72; Abtrennung 71
Eriochromrot B, zur Bestimmung von Gallium 139
Eriochromschwarz T, als Indicator zur Bestimmung von Calcium und Magnesium 125
Erucasäure, Abtrennung 453
Erythrit, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140
Erythrocyten, Bestimmung von Acetylcholinesterase 78
Erythrosin BS, Verhalten bei der Papierelektrophorese in Lebensmitteln 205
Erze, Analyse chromhaltiger Erze 277; Bestimmung von Quecksilber 278; Bestimmung von Uran 136
Essential Fatty Acids (Sinclair) 305 [L]
Essigsäure, Abtrennung 452
Estergruppen, Mikrobestimmung 378
Ethotoin, Nachweis 232
Evans Blau, Bestimmung bei Hämolyse und Trübung 390
Evipal, Nachweis 231
Exkremente, Bestimmung von Calcium 306
Extractum Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 70
Extraktion, Anwendung in der anorganischen Analyse 369

Farbstoffe, Verhalten von Teerfarbstoffen bei der Papierelektrophorese 205; Isolierung aus Lebensmitteln 155; öllöslicher Farbstoffe aus Lebensmitteln 206
Ferrosilicium, Bestimmung von Aluminium und Eisen 226
Ferrovanadin, Bestimmung von Vanadium 147
Ferrozirkon, Bestimmung von Zirkonium 226
Ferulasäure, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Fette, Bestimmung des Anilinpunktes 155; Testung nach der Sauerstoff-

Bombenmethode 387; Testung von tierischen und pflanzlichen Fetten 387; Bestimmung hitzepolymerisierter Fette in Gemischen 387; Bestimmung des Fettgehaltes in Butter 156; Abtrennung aus Humanserum 397; Bestimmung von Tocopherol in oxydierten Fetten 389; papierchromatographische Trennung von Sterinen aus Tier- und Pflanzenfetten 388
Fettsäureester, gaschromatographische Trennung aus verschiedenen Ölen 455
Fettsäuregemische, papierchromatographische Trennung 452
Fettsäuren, Radioisotope zur quantitativen Papierchromatographie 382; papierchromatographisch-polarographische Bestimmung 453; Abtrennung 452; papierchromatographische Trennung höherer Fettsäuren 453; analytische Kennzahlen der Cholesterinester höherer Fettsäuren 454; Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung in Waschmitteln 419
Fettstoffe, Bestimmung der Zusammensetzung in der Arterienwand 393; Bestimmung in der Cerebrospinalflüssigkeit 393
Feuchtigkeit, Bestimmung in verschiedenen Arzneimitteln 24; siehe auch Wasser
Feuerfestes Material, Bestimmung von Calcium und Magnesium 291
Filtrationsvorrichtung 48
Fisch, chemische Kennzahlen zur Beurteilung der Verdorbenheit 200; Nachweis der beginnenden Verderbnis in Konserven 200
Fischblut, Bestimmung von Glucose 399
Flammenphotometrie, Wechselseitiger Einfluß von Elementen auf die Strahlungsintensität in Flammen 424
Flavone, Nachweisgrenzen 456
Fleisch, Bestimmung des Wasserbindungsvermögens 388
Fluor, spektralphotometrische Bestimmung auf Grund der Ausbleichung des Aluminiumkomplexes von Natriumchinalizarinsulfonat 436; Bestimmung in Kobalt-, Mangan- und Antimonfluoriden 437; Einfluß auf die Titanbestimmung 7
Fluorescenzanalyse anorganischer Substanzen 358
Fluorid, Bestimmung mit Hilfe eines Thoriumalizarinrot-S-komplexes 436; komplexometrische Schnellbestimmung 438; Abtrennung von störenden Anionen und Kationen 438; Bestimmung in Trinkwasser 437; in Reaktorprodukten 228
Flußspat, technische Analyse 282
Folsäure, Abtrennung 158
Formaldehyd, jodometrische Bestimmung 382; Bestimmung in Amin-Formaldehydharzen 300
Formaldehyd-Aminharze, Analyse 300
Fruchtsäfte, Bestimmung der Gesamtsäure und der flüchtigen Säure 196
Ftivazid, Bestimmung 66
Fuchsin, Reagens zur Bestimmung von Methanol in Alkohol 323
Fulvene, Infrarotspektren in Schwefelkohlenstoff und Tetrachlorkohlenstoff 59
Fumarsäure, R_f-Wert 176; Abtrennung 451
Fumarsäuredinitril, polarographische Bestimmung 451
Funken, Verwendung des Vakuumgleitfunkens in der Spektralanalyse im fernen Ultraviolett 357
Futterlupinensamen, Bestimmung der Gesamtalkaloide 67
Futtermittel, Bestimmung von Phosphor 289

Galenische Präparate, Bestimmung von Morphin 234
Gallium, Bestimmung mit Eriochromrot B 139; mit Oxinderivaten 42
Gallussäure, Reagens auf Titan 3; Farbreaktion mit Titan 343; Empfindlichkeit der Farbreaktion mit Titan 344
Gamma-Spektrometer, Eichung 46
Gaschromatographie, Literaturüberblick 427; Zusammenstellung der gebräuchlichen Definitionen 359; Anwendung der Infrarotspektrometrie 426; der Circulargaschromatographie 361; Ursachen unsymmetrischer Zonen in der Gas-flüssig-Verteilungschromatographie 360; Planen von Apparaturen und Ausführen von Analysen 361; Elektronenstoß-Ionenquelle für Massenspektrometer zur Gasanalyse 36; Sammeln von Fraktionen 427; Analyse permanenter und kondensierbarer Gase 428; Charakterisierung von organischen Verbindungen 362
Gase, gaschromatographische Analyse permanenter und kondensierbarer Gase 428; Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Cyanwasserstoff 258;

von Gesamtschwefel in technischen Gasen 209; Bestimmung von Verunreinigungen in Kühlgasen eines Kernreaktors 229; Analyse von Respirationsgasen 390
Gas-fest-Chromatographie, gebräuchliche Definitionen 359
Gas-flüssig-Chromatographie, gebräuchliche Definitionen 359
Gas - flüssig - Verteilungschromatographie, Ursache unsymmetrischer Zonen 360
Gasölfraktionen, chromatographische Zerlegung 461
Gasphase, Infrarotspektrometrie in der Gasphase 426
Gemische, Analyse durch β-Reflexstrahlung 37
Gerbstofftitration nach Löwenthal, colorimetrische Endpunktsbestimmung 58
Germanium, Extraktion von Germaniumphenylfluoronat 435; maßanalytische Bestimmung als Brenzcatechin-Germaniumsäure 346; Bestimmung als 12-Molybdoanion 140; Bestimmung in Teeraschen 293
Germanium(IV), Bestimmung mit Phenylfluoronderivaten 140
Germanium-Organoverbindungen, Analyse 50
Germaniumphenylfluoronat, bei der Extraktion von Germanium in organischen Lösungsmitteln 435
Gesteine, Bestimmung von Spuren Lithium 280
Getreide, Bestimmung von Spurenelementen 386
Gewebe, Bestimmung von Calcium 306; von Jod 312; polyungesättigter Säuren in den Lipoiden der Gewebe 74; von Chlorchinon im menschlichen Gewebe 318; von Nitrofurazon in pflanzlichem und tierischem Gewebe 88; von Tartronsäure 317
Giftgase, Bestimmung in der Luft 209
Gitoxin, Abtrennung 67
Gläser, Bestimmung von Lanthan 293
Glaselektrode, für acidimetrische potentiometrische Titrationen 431
Glaspulvermethode nach Kofler, zur Analyse von Zweistoffgemischen 38
Globuline, Analyse im Serum 316
Gluconsäure, Bestimmung 40; Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140
Glucosamin, Bestimmung 54
Glucose, Bestimmung in biologischem Material 399; in Fischblut 399; Bewertung von Bestimmungen in unbehandeltem Serum 400
β-Glucuronidase, Nachweis auf der Hautoberfläche 159
Glutaminsäure, Bestimmung 237; Bestimmung in Weizen und Roggen 200
L-Glutaminsäure, R_f-Wert 172, 176
Glutethimid, Nachweis 232
Glycerin, Analyse 55; Abtrennung von Polyalkoholen 54
Glycerinester, Bestimmung in der Aortenwand 393
Glycin, Bestimmung 237; R_f-Wert 172; Bestimmung in Weizen und Roggen 200
Glykoside, Bestimmung 231; Trennung aus der Digitalis purpurea 67
Glyoxal-bis-(2-hydroxyanil), zum spezifischen Nachweis von Calcium 123
Gold, coulometrische Titration mit Chlorokupfer(I)-ionen 122
Goldionen, R_f-Wert 430
Graphit, Bestimmung von Kupferspuren in Reaktorgraphit 229
Graphitelektrode, Anwendung in der Chronopotentiometrie 432
Graphit-Indicatorelektrode, voltammetrische Studien 46
Gruppenanalyse, von Moorböden und Sandmischkulturen 287
Guanin, polarographische Bestimmung 159
Guanylcytidylsäure, polarographische Bestimmung 159
Gummi, Bestimmung von Tris-nonylphenylphosphit (Polygard) 298
Gummi-Chemikalien, Bestimmung von Schwefel 297
Gußeisen, Bestimmung von Magnesium 223; von Eisen, freiem und gebundenem Kohlenstoff in Gußeisen 222

Hämoglobin, Trennung in einem Dichtegradienten 398
Hämolyse, Bestimmung von Evans Blau bei Hämolyse und Trübung 390
Halbmikroanalyse anorganischer Stoffe 370
Halogen, Mikrobestimmung 378
Halogenide, gaschromatographische Charakterisierung aliphatischer Halogenide 362
Halogenidionen, Bestimmung 153
Halogenierungsreaktionen mit Interhalogenverbindungen 378
Handbook of Chemistry and Physics (Hodgman, West und Selby) 356 [L]
Handbuch der analytischen Chemie

3. Teil Bd. Vb, Bd. VIbα (Fresenius und Jander) 355 [L]
Handbuch der anorganischen Chemie 8. Aufl. System-Nr. 5 (Fluor, Erg.-Bd.) (Gmelin) 369 [L]
Harn, Bestimmung von Chlorid 310; Nachweis von Methylketonen 314; Bestimmung von Phenylbrenztraubensäure 396; von Aldosacchariden 400; Nachweis und Bestimmung von Porphyrinen 400; Bestimmung von N_1-Methyl-2-pyridon-5-carbonsäureamid 76; von Vitamin C 204; Trennung jodierter Schilddrüsenprodukte 75; siehe auch Urin
Harnsäure, Nachweis in Blasensteinen 307
Harnstoff, Bestimmung in phosphorsäurehaltigen Mischdüngemitteln 289; spektralphotometrische Bestimmung von Biuret 178
Hautoberfläche, Nachweis der β-Glucuronidase 159
Heparin, Titration 318
2-Heptanon, Nachweis 315
Herba Hyperici, Bestimmung von Rutin und Hypericin 67
Heringsöl, Trennung der gesättigten und ungesättigten Fettsäureester 455
Hexacyanoferrat(II), Bestimmung 431; Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) neben Hexacyanoferrat(II) 443
Hexacyanoferrat(III), Anwendung zur Bestimmung von Nitrit 144; von Schwefelverbindungen 374; Nachweis und colorimetrische Bestimmung 442; Bestimmung 442; mit Silbernitrat 442; neben Hexacyanoferrat(II) 443
Hexacyanoferrate, in der Analyse 38
2-Hexadecanon, Nachweis 315
Hexamethyldigerman, Analyse 50
Hexamethyldisilan, Analyse 50
Hexamethyldisiloxan, Analyse 50
Hexamethyldistannan, Analyse 50
Hexamethylentetramin, Bestimmung in Preßmassen 300
n-Hexan, Trennung von Aceton 361
5-Hexen-2-on, Nachweis 315
Hexosamine, Bestimmung 3-substituierter Hexosamine 54
Hexosen, Bestimmung in Serumproteinen 318
Hirn, Bestimmung von Vitamin C 203; von Phenylquecksilberverbindungen 308
Histamin, bei der Beurteilung der Verdorbenheit von Fischen 200
Histidin, Bestimmung 237; in Weizen und Roggen 200
D,L-Histidin, R_f-Wert 172
Hochofenschlacken, Bestimmung von Calcium und Magnesium 291
Holz, Bestimmung von Magnesium 288
Homogenreaktoren, Bestimmung von Kupfer und Uran in Brennmaterial 227
Hormone, Bestimmung 231
Hunde, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im Blutplasma 79
Hydrazin, Bestimmung 40, 431; von Hydrazin und dessen organischen Derivaten mit Brommonochlorid 143
Hydrazinsulfat, Titration 108
Hydrierung, katalytische Hydrierung zur Bestimmung ungesättigter Verbindungen 447
Hydrochinon, Farbreaktion mit Sorbinsäure 201; Analyse mit Mangan(III)-pyrophosphat 55; Bestimmung 47, 265, 268, 423
Hydrocortison, R_f-Werte 240
Hydrogencarbonate, Bestimmung neben Carbonaten 373
Hydroperoxyde, papierchromatographische Abtrennung 448; Bestimmung in Kraftstoffen 462
p-Hydroxyacetophenon, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
4-Hydroxy-3-acetylaminophenylarsinsaurer N-Methyl-tetrahydropyridin-β-carbonsäuremethylester, Bestimmung 63
8-Hydroxy-2-(1-äthylpropyl)-chinolin-4-carbonsäure, analytische Eigenschaften 42
Hydroxyaminosäuren, Nachweis auf Papierchromatogrammen von Proteinhydrolysaten 238
Hydroxyanthrachinone, Bestimmung 58
p-Hydroxybenzaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des Dinitrophenylhydrazons 450
p-Hydroxybenzoesäure, Bestimmung mit Brommonochlorid 379
4-Hydroxybutanon, Nachweis 315
β-Hydroxybuttersäure, Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 315
Hydroxychinolinate, Extraktion 369
8-Hydroxy-2-(3,4-dimethoxyphenyl)-chinolin-4-carbonsäure, analytische Eigenschaften 42
o-Hydroxydiphenyl, Bestimmung in Apfelsinen 390
2,2′-Hydroxydipropionitril, als stationäre Phase in der Gasverteilungschromatographie 361
8-Hydroxy-2-n-hexylchinolin-4-carbonsäure, analytische Eigenschaften 42

8-Hydroxy-7-morpholinomethylchinolin-5-sulfonsäure, analytische Eigenschaften 42
p-Hydroxyphenylarsonsäure, Nachweis 455
Hydroxyphenylbenzo-γ-pyronderivate von Flavonen, Absorptionsmaxima und -minima 456
8-Hydroxy-7-piperidinomethylchinolin-5-sulfonsäure, analytische Eigenschaften 42
α-Hydroxysäuren, Bestimmung 40
Hypericin, Bestimmung in Herba Hyperici 67

Imidazolfarbstoffe aus Naphthalindi- und -tetracarbonsäuren, Untersuchung 60
Indan, Untersuchung in Erdölprodukten 461
Indicatorelektrode, Polarograph mit automatischer Korrektur des Indicatorelektrodenpotentials 435
Indicatoren, ÄDTA-Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39; Mechanismus der Reaktionen von Redoxindicatoren 161; Pyridinazofarbstoffe in der Chelatometrie 44; Thiofluorescein als Indicator bei der Quecksilber(II)-Bestimmung 351; Siloxen als Chemilumineszenz-Indicator in der Permanganometrie 187; in cerimetrischen und chromatometrischen Titrationen 263; Verwendung von Brucin als Redoxindicator in der Cerimetrie 44, 422; von Mischindicatoren in der pharmazeutischen Analyse 60; von Radioindicatoren in der organischen Analyse 446
Indigocarmin, Verhalten bei der Papierelektrophorese von Lebensmitteln 205; Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 60
Indium, Bestimmung mit Oxinderivaten 42; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35
Indol-3-carbonsäure, Nachweis und Bestimmung in Blumenkohl und Kohl 157
3-Indolylacetonitril, Bestimmung in Blumenkohl und Kohl 157
Infrarotspektrometrie, in der Gasphase 426
Infrarotspektroskopie, analytische Verwendung des langwelligen Infrarotspektrums 358; Anwendung von gepreßtem Silberchlorid als Küvettenmaterial 358
Inosit, Nachweis 386
Inositdiphosphat, Nachweis 386
Insecticide, Analyse der Hydrolyseprodukte von Organophosphat-Insecticiden 303
Intargol, Einfluß auf die Bestimmung von Kaliumnitrat in Augenwässern 61
Interhalogenverbindungen, Halogenierungsreaktionen 378
XV. Internationaler Kongreß f. Reine und Angewandte Chemie, Lissabon 1956, Bd. I 356 [L]
Ionen, Beeinflussung der Lanthanoxydbanden Fremdionen 292
Ionenaustausch, Anwendung für analytische und präparative Trennungen 429; polarographische Untersuchung von Eluaten aus Austauschersäulen 364, 365; Verhalten von Metall-Äthylendiamintetraessigsäure-Komplexen an Austauschersäulen 367; Anwendung zur Trennung von Metallionen 428; zur Trennung drei- und vierwertiger von zweiwertigen Metallen 429; Verwendung des focussierenden Ionenaustausches zur Titration von Schwermetallen und Seltenen Erden 366
Ipral, Nachweis 231
Isobutan, gaschromatographische Bestimmung 428
Isobutylbenzol, Identifizierung in Erdöl 461
Isobutylmethylketon, Bestimmung in Lacklösungsmitteln 301
Isocyanat, Bestimmung 446
Iso-Emodin, Bestimmung 59
DL-Isoleucin, R_f-Wert 172, 176
Isonicotinsäure, Bestimmung des 3-Methoxy-4-hydroxy-benzilidenhydrazids 66
Isonicotinsäurehydrazid, Bestimmung 40
Isopropanol, Bestimmung in Gegenwart anderer Alkohole 241
Isopropylmethylphosphonofluoridat, Nachweis in der Luft 209
Isothiocyanat, Bestimmung 446

Jod, Bestimmung 431; in jodiertem Salz 156; in Zinksulfidphosphoren 290; in biologischem Material 311; im Serum 312; von ^{131}J im Blut 310; Bestimmung des proteingebundenen radioaktiven Jods 313
Jodat, Bestimmung 190; polarographische Bestimmung 36; Bestimmung neben Perjodat, Bromat und Arsenat

(bzw. Chromat) 440; Bestimmung in flüssigem Ammoniumnitrat-Ammoniakat 440
Jodid, Bestimmung 189, 265; polarographische Bestimmung in Schmelzen 440; mercurimetrische Bestimmung 258; Bestimmung durch Sedimentationsanalysen 369
Jodmonobromid, zur Halogenierung von organischen Substanzen 378
Jodmonochlorid, zur Bestimmung von Sorbinsäure 201
Jodpropylidenglycerin, papierchromatographisches Verhalten von ^{131}J-markiertem Jodpropylidenglycerin 62

K-Wert, zur Erkennung naturreiner Weine 197
Kabeljau, Beurteilung der Verdorbenheit 200
Kaffeesäure, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Kalium, wäßrige Permanganatlösung als Filter bei der flammenphotometrischen Bestimmung 391; indirekte colorimetrische und polarographische Bestimmung 444; oscillopolarographische Bestimmung 35; Bestimmung neben Natrium 371; Abtrennung 117; durch Ionenaustausch 429; Bestimmung neben Natrium in Chloriden 118; in Düngemitteln 288; Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Kaliumantimonyltartrat, Titration 108
Kaliumhydroxyd, Bestimmung des adsorbierten Kaliumhydroxyds in synthetischem Braunstein 292
Kaliumnitrat, Bestimmung in der Reinsubstanz und in Augenwässern 61
Kaliumoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Kalium-Penicillin, Bestimmung 237
Kalk, Bestimmung von Magnesium 288
Kalkstein, Bestimmung von Calcium 284; von Calcium und Magnesium 283
Kaninchenserum, Hochfrequenztitration 74
Katalysatoren, Mikrobestimmung von Arsen 463; Bestimmung von Ti^{II} neben Ti^{III} in Normaldruckpolyäthylenpolymerisationskatalysatoren 299
Kationen, Reaktionen mit Omegachromschwarzblau G 329; papierchromatographische Trennung 362; Abtrennung von Fluorid 438
Kationenaustauscher zur Bestimmung von Barbituraten 62
Kautschuk, Bestimmung von Zink 297 von Schwefel 297
Keramische Materialien, spektrochemische Analyse 357
Keratosulfat, Analyse 54
Kernobstsaft, Säurebestimmung 197
Kerosenfraktionen, chromatographische Zerlegung 461
Kesselspeisewasser (Freier) 207 [L]
Ketone, Unterscheidung aromatischer Aldehyde von aromatischen Ketonen 385; gaschromatographische Charakterisierung 362; Titration der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 450; Bestimmung in Lacklösungsmitteln 301; Nachweis in Urin und Serum 314
17-Ketosteroide, Identifizierung im Urin 240
Kiesabbrände, Bestimmung von Pb, Cu und Zn 281
Kieselsäure, Einfluß organischer Substanzen auf die Bestimmung als Molybdänblau 139; Bestimmung im Stahl 224, 225; in Silicaten 278
Kinderblut, Bestimmung von Phosphorverbindungen 309
Knochen, Bestimmung des Verhältnisses von anorganischen zu organischen Bestandteilen 393
Kobalt, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Mitfällung bei der Ausfällung von Zinksulfid 444; Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagentien auf Kobalt 445; Nachweis und colorimetrische Bestimmung 443; Bestimmung 368; mit Oxin 457; mit Oxinderivaten 42; colorimetrische Bestimmung 444; mit 1,2-Diaminocyclohexan-tetraessigsäure 376; colorimetrische und polarographische Bestimmung 444; Bestimmung durch focussierenden Ionenaustausch 366; elektrolytische Abscheidungsmethoden 443; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; komplexometrische Bestimmung neben Quecksilber 354; Abtrennung 362; Abtrennung isomerer cis-trans-Komplexverbindungen 377; Trennung von Nickel 445; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in Zirkonium- und Titanmetall 220; in Siccativen 296; in biologischem Material 73; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Kobalt-60, Bestimmung 46
Kobaltaluminat, Untersuchung in der Analyse 38

Kobaltchlorid, Abtrennung von Cadmiumchlorid 41
Kobaltchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Kobaltfluorid, Bestimmung von Fluor 437
Kobalthexacyanoferrat(III), Untersuchung in der Analyse 38
Kobaltnitroprussiate, Untersuchung in der Analyse 38
Körperflüssigkeiten, Bestimmung von Chlorid 310; von Äthanol 314; von Aldosachariden 400
Kohl, Bestimmung von Indol-3-carbonsäure, Ascorbigen und 3-Indolylacetonitril 157
Kohlendioxyd, Bestimmung in Silicaten 280
Kohlenhydrate, Abtrennung aus Humanserum 397
Kohlenmonoxyd, gaschromatographische Bestimmung 428; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229
Kohlenreste, Bestimmung im städtischem Müllkompost 303
Kohlenstoff, Mikrobestimmung 378; spektrochemische Bestimmung 357; Bestimmung von freiem und gebundenem Kohlenstoff in Gußeisen 222; Meßmethoden für Radiokohlenstoff 45
Kohlenstoff-14-Bariumcarbonat, Bestimmung der Aktivität 45
Kohlenteere, Untersuchung der Phenolfraktionen 458
Kohlenwasserstoff, gaschromatographische Charakterisierung gesättigter, ungesättigter und aromatischer Kohlenwasserstoffe 362; gaschromatographische Trennung 361, 459; Bestimmung von Spuren in der Luft 208
Kollargol, Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber 61
Komplexbildner für radiometrische Analysen 38
Komplexometrie, zusammenfassender Bericht 39; Ableitung von Formeln 367; Anwendung von 1,2-Diaminocyclohexantetraacetat 368; Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39; Verwendung von Pyridinazofarbstoffen als Indicatoren 44; von Omega-Chromschwarzblau G 328
Komplexverbindungen, Trennung isomerer cis-trans-Komplexverbindungen von Co, Cr und Pt 377
Kompost, Bestimmung von Kohlenresten und Cellulose in städtischem Müllkompost 303
Konserven, Nachweis der beginnenden Verderbnis von Fisch und Ei 200
Koproporphyrin-I-methylester, Bestimmung im Urin 319; siehe auch Coproporphyrin
Kosmetica, Bestimmung von organischen Quecksilberverbindungen 307
Kraftstoffe, Bestimmung von Hydroperoxyden 462
m-Kresol, Bestimmung mit Brommonochlorid 379
o-Kresol, chromatographische Bestimmung von Phenol in technischem o-Kresol 460
Kresole, Bestimmung mit Brommonochlorid 379
o-Kresolsäure (o-cresotic acid), zur Bestimmung von Thorium und Zirkonium 254
Kristallkeimbildung in der Analyse 38
Kühlgas, Analyse von Verunreinigungen des Kühlgases eines Kernreaktors 229
Küvetten aus Silberchlorid in der Infrarotspektroskopie 358
Kupfer, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Nachweis 41; Bestimmung 368, 431; mit Phenylhydrazindithiocarbaminsäure 43; mit Oxinderivaten 42; mit 8-Mercaptochinolin 119; colorimetrische Bestimmung 120; von Ultramikromengen mit 1,5-Diphenylcarbohydrazid 392; Bestimmung durch focussierenden Ionenaustausch 366; potentiometrische Bestimmung 120; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35; amperometrische Bestimmung 41; radiometrische Titration mit Komplexbildnern 38; Titration mit Thioacetamid 122; chelatometrische Bestimmung mit Pyridin-(2-azo-2)-chromotropsäure als Indicator 44; mit Pyridin-(2-azo-2)-amino-1-hydroxy-8-naphthalin-3,6-disulfonsäure als Indicator 44; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; komplexometrische Bestimmung neben Quecksilber 354; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung 154; durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in Stärke und Stärkesirupen 198; in Bronze und Messing 212; in reinstem Zink 213; in Cadmiummetall 213; in Aluminiumlegierungen 214; in Weißmetall 219; in Titan, Zirkonium und deren Legierungen 220;

in Pyriten, Markasiten und Kiesabbränden 281; von Spuren in Reaktorgraphit 229; im Brennmaterial von Homogenreaktoren 227; in biologischem Material 73, 391; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Aluminium neben Kupfer 129
Kupferaluminat, Untersuchung in der Analyse 38
Kupferchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Kupfergruppe, Analyse von Metallen in der Kupfergruppe 41
Kupferlegierungen, Bestimmung von Aluminium und Zink 216
Kupfer-Manganlegierungen, Spektralanalyse 213
Kupfernitroprussiate, Untersuchung in der Analyse 38
Kupferphthalocyanin, Bestimmung 13
Kupferphthalocyaninsulfonsäure, Bestimmung 13
Kupferron, zur Fällung von Uran 134
Kupferronate, Extraktion 369
Kupfer-Silberlegierungen, Analyse mit Thioacetamid 122
Kupfersulfid, Mitfällung von Zink bei der Fällung von CuS mit Thioacetamid 126

Laboratoriumsvorschriften für den Steinkohlenbergbau (Chemikerausschuß beim Steinkohlenbergbauverein in Essen) 277 [L]
Lacklösungsmittel, Bestimmung von Ketonen 301
Lactoflavin, Abtrennung 158
Lactongruppe, Bestimmung 446
Lanthan, Farbreaktion 330; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Gläsern, Uran und Thoriumoxyd 293; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Lanthanide, Absorptionsbanden in Wasser und Deuteriumoxyd 116
Lanthanoxyd, Beeinflussung der wichtigsten Banden durch Brenngaszusammensetzung, Lösungsmittel und Fremdionen 292
Latex, Bestimmung von Trisnonylphenylphosphit (Polygard) 298
Laurinsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; Abtrennung 453
Lebensmittel, Bestimmung von Calcium 306; von Jod 312; von Zucker 199; des Antipellagra-Vitamins 202; Isolierung wasserlöslicher Farbstoffe 155; öllöslicher Teerfarbstoffe 206; Verhalten einiger Teerfarbstoffe bei der Papierelektrophorese 205; siehe auch Nahrungsmittel
Leber, Bestimmung von Phenylquecksilberverbindungen 308; von Vitamin C 203
Legierungen, spektralanalytische Untersuchung binärer Legierungen 227; Bestimmung von Aluminium und Zink 216; von Uran 136; Analyse chromhaltiger Legierungen 277
Lehrbuch der anorganischen Chemie 40.—46. Aufl. (Holleman-Wiberg) 370 [L]
Lehrbuch der pharmazeutischen Chemie (Bodendorf) 230 [L]
Leucin, Bestimmung in Weizen und Roggen 200
DL-Leucin, R_f-Wert 172
Lewatit MN, Verhalten gegen Chromsäure 275
Lewis-Säuren, Trennung 451
Linolensäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; Abtrennung 452, 453
Linolsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; papierchromatographische Bestimmung 382; Abtrennung 452, 453
Lipoide, Bestimmung von Sphingosin 395; von polyungesättigten Säuren in den Lipoiden des Plasmas und der Gewebe 74
Lithium, Abtrennung 117; Bestimmung von Spuren in Gesteinen 280; Bestimmung von Natrium neben Lithium in salzsauren Lösungen 118
Lithiumnitrat, papierchromatographische Trennung von Metallnitraten mit dem System Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser 430
Lösungsmittel, densimetrische Methode zur Analyse wiedergewonnener Lösungsmittelgemische aus der Papierchromatographie 430; Beeinflussung der Lanthanoxydbanden 292
Lösungsspektralanalyse, Elektrodenheizblock 357
Luft, Bestimmung von Schwefeldioxyd 208; von Kohlenwasserstoffspuren 208; Apparatur zum Nachweis von Nervengasen 209
Lupinensamen, Bestimmung der Gesamtalkaloide 67
Lysin, Bestimmung 237; R_f-Wert 172, 176

Lysozym, Bestimmung im tierischen Magensaft 77

Mageninhalt, Bestimmung von Parathion 316
Magensaft, Bestimmung von Lysozym 77
Magnesit, Bestimmung von Aluminium und Eisen 226
Magnesium, Farbreaktion 330; Bestimmung 288, 331; mit Oxinderivaten 42; komplexometrische Bestimmung 368; mit Eriochromschwarz T als Indicator 125; Bestimmung neben Calcium und Sulfat 125; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 113; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 215; in Gußeisen 223; in Dolomit und Kalkstein 283; in Hochofenschlacken und feuerfestem Material 291; in Siemens-Martinschlacke 291; im Boden 287, 288; in biologischem Material 425; in Blutserum und Urin 306; Einfluß auf die Zinkbestimmung in Aluminium 215; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Calcium neben Magnesium 124; von Aluminium neben Magnesium 129
Magnesiumammoniumphosphat-Calcium-Phosphat-Blasensteine, Analyse 307
Magnesiumchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Magnesiumlegierungen, Bestimmung von Aluminium und Zink 216; Bestimmung von Cer 132
Magnesiumoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Magnesiumsalze, Bestimmung von Calcium 371
Maisöl, Isolierung der Farbstoffe aus gefärbtem Maisöl 206
Maleinsäure, Abtrennung 451
Maleinsäuregruppen, Bestimmung in Polyestern 298
Malonsäurediäthylester, Bestimmung 302
Mandelsäure, Bestimmung 40
Mangan, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Bestimmung 331; komplexometrische Bestimmung 368; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung 362; durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in binären Legierungen 227; in Aluminiumlegierungen 214; in Siccativen 296; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; auf die Bestimmung von Fe, Al, Ca und Mg in Siemens-Martinschlacke 291; Bestimmung von Aluminium neben Mangan 129
Mangan-54, Bestimmung 46
Manganaluminat, Untersuchung in der Analyse 38
Manganchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Manganfluorid, Bestimmung von Fluor 437
Mangan-Kupferlegierungen, Spektralanalyse 213
Manganmetaphosphat, in der Analyse 38
Manganoxyd, Bestimmung im Stahl 224, 225; in Silicaten 279
Mangan(III)-pyrophosphat, Herstellung Titerstellung und Stabilität von Lösungen 42; Anwendung zur Analyse von Hydrochinon 55
Mannit, Bestimmung 40; Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140
Mannose, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139
Markasite, Bestimmung von Pb, Cu und Zn 281
Massenspektrometrie, Ionenquelle zur Untersuchung flüchtiger und nichtflüchtiger Festsubstanzen 36; Elektronenstoß-Ionenquelle für Massenspektrometer zur Gasanalyse 36; Verhalten von Acetalen 451
Materialprüfung mit Röntgenstrahlen unter besonderer Berücksichtigung der Röntgenmetallkunde (Glocker) 206 [L]
Mebaral, Nachweis 231
Medikamente, Untersuchung auf Kobalt 458
Medizin, analytische Chemie 230
Medomin, Nachweis 232
Medrylamin, Farbreaktion 72
Meerwasser, Bestimmung der Alkalität und des Boratgehaltes 211
Membranelektroden, Herstellung aus anorganischen Fällungsprodukten 433
Menschen, Nachweis von Plutoniumablagerungen 308; Bestimmung von Vitamin C im Harn 204; von Chlorchinon in Gewebe 318; Trennung von

Eiweiß, Fetten und Kohlenhydraten im Serum 397; Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im Blutplasma 79
Menthon, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Meprobamat, Nachweis 232
Mercaptane, Nachweis aliphatischer Mercaptane 315; Abtrennung 451
2-Mercaptobenzimidazol, zur Bestimmung von Silber 121
8-Mercaptochinolin, Anwendung zur Bestimmung von Kupfer 119; von Palladium 154
Mercaptogruppe, Bestimmung 446
Mesantoin, Nachweis 232
Messing, Bestimmung von Cu, Pb, Sb und Sn 212
Metall-Äthylendiamintetraessigsäure-Komplexe, Verhalten an Anionenaustauschersäulen 367
Metallcarbaminate, Extraktion aus stark sauren Lösungen 401
Metalle, Komplexe mit Omega-Chromschwarzblau G 329; polarographische Untersuchung in Thiosulfatlösungen 35; oscillopolarographische Bestimmung 35; Bestimmung von Schwermetallen in Gegenwart von Quecksilber 353; Bestimmung in Siccativen 296
Metallindicatoren, ÄDTA-Titrationen ohne organische Metallindicatoren 39
Metallionen, Trennung durch Ionenaustausch 428
Metallnitrate, Verhalten in der Papierchromatographie mit den Systemen Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser und Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser 430
Metallorganoverbindungen, Analyse 50
Metalle-Pyridinkomplexe, Mitfällung von Zink 126
Metallseifen, Überführung von Fettsäuren in Metallseifen zur Analyse 382
Methacrylsäureester, Bestimmung 383
Methan, gaschromatographische Bestimmung 428; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229
Methanol, Bestimmung in Gemischen 52; in Alkohol mit Schiffschem Reagens 321; in Amin-Formaldehydharzen 300; bromatometrische Bestimmung von Isopropanol neben Methanol 244
Metharbital, Nachweis 232
Methionin, Bestimmung 237
DL-Methionin, R_f-Wert 172
Methods of Biochemical Analysis, Bd. VI (Glick) 305 [L]
6-Methoxy-8-aminochinolinderivate, Farbreaktionen 72
3-Methoxy-4-hydroxy-benzilidenhydrazid der Isonicotinsäure, Bestimmung 66
4-Methoxy-2-nitranilin, Farbreaktion des Diazoniumsalzes mit Rutin und Quercitrin 233
m-Methoxyphenol, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nitrit 144
4(p-Methoxyphenyl)-3-buten-2-on, Nachweis 315
Methsuximid, Nachweis 232
Methyläthylketon, Bestimmung in Lacklösungsmitteln 301
3-Methyl-5-äthyl-5-phenylhydantoin, Nachweis 232
Methylaminosulfanilamid, Kristallreaktionen 64
2-Methylbenzimidazol, zur Bestimmung von Silber 121
Methylcyclohexene, Bestimmung 385; gaschromatographische Abtrennung der isomeren Methylcyclohexene 457
N-Methyl-5,5-diäthylbarbitursäure, Nachweis 232
2-Methyl-1,3-dioxolan, Verhalten im Massenspektrometer 451
Methylenblau, Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 60
Methylencyclohexan, Bestimmung 385; gaschromatographische Abtrennung 457
C-Methylengruppen, Mikrobestimmung 378
N-Methylgruppen, Mikrobestimmung 378
Methylisobutylketon, Titrationskurve 383; Bestimmung in Lacklösungsmitteln 301; papierchromatographische Trennung von Metallnitraten mit dem System Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser 430
Methylisopropylbenzole, Identifizierung in Erdölprodukten 461
Methylketone, Nachweis mit Nitroprussidnatrium 314
Methylmethacryläther, Bestimmung von 2,2′-Azo-bis-isobutyronitril 464
N-Methyl-α,α-methylphenylsuccinimid, Nachweis 232
Methylorange, Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 60
p-Methylphenoxyacetaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Methylphenylsuccinimid, Nachweis 232

2-Methyl-2-n-propyl-1,3-propandioldicarbaminat, Nachweis 232
N_1-Methyl-2-pyridon-5-carbonsäureamid, Bestimmung 76
Methylsalicylsäure (o-cresotic acid), zur Bestimmung von Thorium und Zirkonium 254
S-Methylthioharnstoff, zur colorimetrischen Bestimmung von Nickel und Kobalt 444
Methyltriäthoxysilan, Analyse 50
Methyltrichlorsilan, Analyse 50
Methyprylon, Nachweis 232
Mikroanalyse, heutiger Stand der organischen Mikroanalyse 378
Mikropipetten, Herstellung und Verwendung 47
Milch, Bestimmung von Jod 311; von Vitamin C 204
Milchsäure, R_f-Wert 176
Milch-Trockenmassegehalt, Bestimmung in Butter 156
Milchzucker, Feuchtigkeitsbestimmung 24
Milontin, Nachweis 232
Milz, Bestimmung von Phenylquecksilberverbindungen 308
Mineralsäuren, Beständigkeit der Diäthyldithiocarbamidsäure beim Schütteln von Lösungen mit wäßrigen Mineralsäuren 410
Mineralwässer, Bestimmung von Magnesium 288
Mischdüngemittel, Bestimmung von Harnstoff in phosphorsäurehaltigen Mischdüngemitteln 289
Mischfuttermittel, Untersuchung auf Nitrofurazon 90
Mischindicatoren, Anwendung in der pharmazeutischen Analyse 60
Mohnkapseln, Bestimmung von Morphin 69
Molybdän, Bestimmung 422; durch γ-Strahlenspektroskopie 359; Abtrennung 148; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in binären Legierungen 227; in Uran, Mo-U- und Mo-Nb-Gemischen 218; Analyse von Gemischen mit Eisen und Wolfram 37
Molybdän(V), volumetrische Bestimmung 161; Titration mit Eisen(III)-alaun 248
Molybdän(VI) Bestimmung 194; Einfluß auf die Bestimmung von Titan 345
Molybdänblaumethode zur Kieselsäurebestimmung, Einfluß organischer Verbindungen 139
Molybdänheteropolysäuren, zur Bestimmung von Phosphor und Silicium 37
Molybdän-Niobgemische, Bestimmung von Molybdän 218
Molybdän-Urangemische, Bestimmung von Molybdän 218
Molybdat, Abtrennung 362
12-Molybdoanionen, zur Bestimmung von Ge, P und As 140
Monazit, Bestimmung von Thorium 133
Monazitkonzentrate, Analyse 376
Monazitsand, Bestimmung von Cer 133
Monoäthylmalonsäurediäthylester, Bestimmung 302
Monoalkyldithiophosphorsäuren, Bestimmung 303
Monoalkylphenylphosphorsäuren, Bestimmung 303
Monoalkylphosphorsäuren, Bestimmung 303
2-Monobromisovalerylharnstoff, Nachweis 232
Monoglyceride, Analyse 55
Monojodtyrosin, Farbreaktion 239
Moorböden, Stoffgruppenanalyse 287
Morin, zur Bestimmung von Uran 136
Morphin, Abtrennung 235; elektrophoretische Abtrennung 69; Bestimmung in galenischen Präparaten 234; in Mohnkapseln 69
Morton-Stubbs-Korrektur, Prüfung bei der spektralphotometrischen Bestimmung von Vitamin A 202
Mucin, Analyse 54
Müllkompost, Bestimmung von Cellulose und Kohlenresten in städtischem Müllkompost 303
Muskelgewebe, Bestimmung von Phenylquecksilberverbindungen 308
Mutterkornalkaloide, Trennung 71
Myristinsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; Abtrennung 453

Nahrungsmittel, Bestimmung von Spurenelementen 386; von Phosphor 289; von Jod 312; Testung von Ölen und Fetten 387; siehe auch Lebensmittel
Napthalincarbonsäuren, Untersuchung von Imidazolfarbstoffen aus Naphthalindi- und -tetracarbonsäuren 60
Naphtharson, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
β-Naphthoxyessigsäure, Bestimmung 56; in Handelsprodukten 57
Narcein, Abtrennung 235
Narcotin, Bestimmung neben Papaverin 233
Natrium, flammenphotometrische Bestimmung 117; oscillopolarographi-

sche Bestimmung 35; Bestimmung neben Lithium in salzsauren Lösungen 118; neben Kalium 371; neben Kalium in Chloriden 118; Abtrennung 117; durch Ionenaustausch 429
Natrium-22, Bestimmung 46
Natriumchinalizarinsulfonat, zur Bestimmung von Fluor 436
Natriumdiäthyldithiocarbaminat, Verwendung von Blei als Indicator bei amperometrischen Titrationen mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 41
Natriumformiat, zur Reduktion von Quecksilber 127
Natriummetaphosphat (Alcopon), Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA 418
Natriumoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Natriumsulfat, Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln 419
Natriumsulfidlösung, zur Titration von Silbernitrat in Diversscher Flüssigkeit 121
Natriumsulfit, Titration 108
Natriumthiosulfat, Titration 108
Natriumtripolyphosphat (Polyfos), Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA 418
Natriumvanadat, zur oxydimetrischen Bestimmung von Molybdän(V) 161
Naturstoffe, Bestimmung von Vitamin C 203
Nemural, Bestimmung 63
Neodym, Mitfällungserscheinungen 131
Neonal, Nachweis 231
Neothoron, zur Bestimmung von Beryllium 123
Nervengase, Apparatur zum Nachweis in der Luft 209
Neugeborene, Bestimmung von Bilirubin im Serum 319
Nichtmetallische Einschlüsse, Bestimmung der einzelnen Komponenten von nichtmetallischen Einschlüssen im Stahl 225
Nickel, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagentien auf Nickel 445; Bestimmung und Nachweis in der Analyse 37; Bestimmung 39, 331, 368; mit Oxinderivaten 42; colorimetrische Bestimmung 120, 444; polarographische Untersuchung in Thiosulfatlösungen 35; komplexometrische Bestimmung neben Quecksilber 354; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung 362; von Titan 142; von Kobalt 445; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in binären Legierungen 227; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; auf die Titanbestimmung 7; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Nickelaluminate, Untersuchung in der Analyse 38
Nickelchlorid, Abtrennung von Cadmiumchlorid 41
Nickelchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Nickelhexacyanoferrat(III), Untersuchung in der Analyse 38
Nickelnitroprussiate, Untersuchung in der Analyse 38
Nickeltartratlösung, zur spektralphotometrischen Biuretbestimmung in Harnstoff 181
Nicotin, Bestimmung in Tabakrauch 304
Nicotinsäure, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 65
Nicotinsäureamid, Abtrennung 158
Niederdruckpolyäthylen, Bestimmung von Al und Ti 299
Niere, Bestimmung von Phenylquecksilberverbindungen 308
Niob, Bestimmung 37; Mikrobestimmung 149; Abtrennung 362; von Tantal 149; chromatographische Abtrennung im Stahl 224; Bestimmung in Titandioxydpigmenten 293
Niob(V), Einfluß auf die Bestimmung von Titan 345
Niob-Molybdängemische, Bestimmung von Molybdän 218
Nioxim, zur Bestimmung von Palladium 377
Nitramine, Nachweis und Bestimmung 144
Nitraniline. Farbreaktion der Diazoniumsalze mit Rutin und Quercitrin 233
Nitrate, Nachweis und Bestimmung 144
Nitrile, polarographische Bestimmung 451
Nitrit, Nachweis und photometrische Bestimmung 144; Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 144
1-Nitro-2-äthyl-4-methylbenzol, gaschromatographische Bestimmung 427
Nitrobenzol, polarographische Bestimmung 36
p-Nitrobenzoldiazoaminobenzol-p-azobenzol, zur Bestimmung von Quecksilber 371
5-Nitro-2-furaldehyd-phenylhydrazon, Bestimmung von Nitrofurazon als

5-Nitro-2-furaldehyd-phenylhydrazon 90
Nitrofurazon, Bestimmung als 5-Nitro-2-furaldehyd-phenylhydrazon 90; Bestimmung in pflanzlichen und tierischen Geweben 88
Nitromethan, Nachweis 315
1-Nitro-2-methyl-4-äthylbenzol, gaschromatographische Bestimmung 427
m-Nitrophenol, Bestimmung mit Brommonochlorid 379
p-Nitrophenol, Halogenierung mit Interhalogenverbindungen 378; Bestimmung in biologischem Material 315; in Urin 316
Nitrophenole, Bestimmung mit Brommonochlorid 379
o-Nitrophenylanthranilsäure, zur Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) neben Hexacyanoferrat(II) 443
p-Nitrophenylhydrazin, Bestimmung 40
p-Nitrophenylhydrazonderivate, Bestimmung 451
Nitroprussiate, in der Analyse 38
Nitroprussidnatrium, zum Nachweis von Methylketonen 314
Nitroverbindungen, gaschromatographische Untersuchung aromatischer Nitroverbindungen 448; Analyse technischer Gemische 302
2-Nonandecanon, Nachweis 315
2-Nonanon, Nachweis 315
Noradrenalin, Bestimmung in Menschen-, Affen- und Hundeblutplasma 79
DL-Norleucin, R_f-Wert 172
Normaldruckpolyäthylen-Polymerisationskatalysatoren, Bestimmung von Ti^{II} neben Ti^{III} 299
DL-Norvalin, R_f-Wert 172
Novolack, Bestimmung von Hexamethylentetramin im Gemisch mit Novolack 300
Nucleinsäuren, oscillographische Polarographie 159
Nucleotide, Trennung durch kontinuierliche Ionophorese 320

2-Octanon, Nachweis 315
Öle, Testung nach der Sauerstoff-Bombenmethode 387; Testung von tierischen und pflanzlichen Ölen 387; Absorptionsspektren von 15 pflanzlichen Ölen 197; Bestimmung in Raffinerieabwasser 212; gaschromatographische Trennung der gesättigten und ungesättigten Fettsäureester 455
Ölsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; papierchromatographische Bestimmung 382; Abtrennung 452, 453
Omegachromschwarzblau G, Verwendung bei chelatometrischen Titrationen 328
Opiate Linctus of Squill, Bestimmung von Morphin 234
Opiumtinktur, Bestimmung von Morphin 234
Organische Analyse, Verwendung von Radioindicatoren 446
Organische Bestandteile, Bestimmung in Knochen 393
Organische Extrakte, Bestimmung von Uran 136
Organische Säuren, Bestimmung nebeneinander 451
Organische Verbindungen, Bromierung mit Brommonochlorid 378; gaschromatographische Charakterisierung 362; Mikrotitration 49; Bestimmung von Quecksilber 354; von Stickstoff 49; von Thiolgruppen 379; Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139
Organometallverbindungen, Analyse 50
Organophosphat-Insectide, Analyse der Hydrolyseprodukte 303
Orinase, Bestimmung 232
DL-Ornithin, R_f-Wert 172
Ortal, Nachweis 231
Osazone, Nachweis 455
Oscillopolarographie, siehe Polarographie
Osmium, Fällung mit 1,2,3-Benztriazol 446
Osmiumtetroxyd, als Katalysator bei der Bestimmung von Chlorat mit arseniger Säure 439
Oxalat, Mitfällungserscheinungen bei Oxalaten der Seltenen Erden 131; Bestimmung 195; durch Sedimentationsanalyse 369; Nachweis in Blasensteinen 307
Oxalsäure, Bestimmung 264; R_f-Wert 176
Oxin, coulometrische Titration 457
Oxinderivate, analytisch-chemische Eigenschaften 42
Oxydeinschlüsse, Analyse im Stahl 224

Palladium, Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagentien auf Palladium 445; Bestimmung 368; mit Bismuthiol II 377; UV-spektrophotometrische Bestimmung 377; photometrische Bestimmung 154
Palmitinsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; Abtrennung 453

Pankreas, Bestimmung des Serumtrypsins bei Pankreaserkrankungen 77
Papain, Bestimmung des Wirkungswertes 80
Papaverin, Abtrennung 235; Bestimmung von Narcotin neben Papaverin 233
Papierchromatographie, Kammer mit einfacher thermischer Abschirmung 16; Vorrichtung zur Entwicklung mehrerer zweidimensionaler Chromatogramme 363; densimetrische Methode zur Analyse wiedergewonnener Lösungsmittelgemische 430; elektrostatische Entladungsmethoden zur Zonenlokalisation in Papierchromatogrammen 430; Anwendung zur Trennung von Kationen und Anionen 362; Horizontalchromatographie zur Untersuchung von Säuren 170; Verhalten von Metallnitraten in den Systemen Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser und Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser 430
Papierelektrophorese. zur Trennung geringer Substanzmengen 430
Paraldehyd, Verhalten im Massenspektrometer 451
Parathion, Bestimmung in biologischem Material 315; im Mageninhalt 316
Penicillin, Nachweis auf mikrochemischem Wege 73; Bestimmung von verschiedenen Derivaten 237
2-Pentanon, Nachweis 315
Pentathionat, Bestimmung 150
Pentobarbital, Nachweis 231
Pentothal, Nachweis 231
Perbenzoesäure, als volumetrisches Reagens 106
Perjodat, Bestimmung neben Jodat, Bromat und Arsenat (bzw. Chromat) 440
Permalloy, spektralanalytische Untersuchung 227
Permanganat, alkalisches Permanganat zur Oxydation von Sulfiden 334; Titration 434
Permanganometrie, Verwendung von Siloxen als Chemilumineszenz-Indicator 187
Perniciöse Anämie, Nachweis von Radiocyanocobalamin im Schilling-Test 202
Pernoston, Nachweis 231
Peroxyde, Papierchromatographie organischer Peroxyde 448
Petroläther, Prüfung auf Benzol 231
Petroleumdestillate, Bestimmung von Stickstoff 461
Petroleumfraktionen, Mikrobestimmung von Arsen 463
Pflanzenasche, Analyse 294
Pflanzenextrakte, Bestimmung von Magnesium 288
Pflanzenfette, papierchromatographische Trennung der Sterine 388
Pflanzenmaterial, Bestimmung von DDT 294
Pflanzenöle, Absorptionsspektren von 15 pflanzlichen Ölen 197
Pflanzenprodukte, Bestimmung von Vitamin C 203
Phanodorm, Nachweis 231
Pharmazeutica, Bestimmung von organischen Quecksilberverbindungen 307; von Nicotinsäure 65
Pharmazeutische Analyse, Anwendung von Mischindicatoren 60
Pharmazeutische Chemie, Kurzes Lehrbuch (Bodendorf) 230 [L]
Pharmazeutische Produkte, Nachweis von Calcium 124; Bestimmung von Phenolverbindungen 233
Pharmazie, analytische Chemie 230
Phenacemid, Nachweis 232
Phenacetin, Feuchtigkeitsbestimmung 24
p-Phenetidin, Bestimmung 385
Phenobarbital, Nachweis 231
Phenol, Halogenierung mit Interhalogenverbindungen 378; Reaktion mit Brommonochlorid 379; chromatographische Bestimmung in technischem o-Kresol 460
Phenole, Bromierung mit Brommonochloridlösung 378; Reaktion mit 4-Aminophenazon 233; papierchromatographischer Nachweis 383; Bestimmung mit Hilfe der Gas-Flüssigkeits-Chromatographie 459; potentiometrische Titration 384; Titrationskurven in nichtwäßrigen Lösungen 383; Titration von Phenolen mit und ohne sterische Hinderung 383; Abtrennung 451
Phenolfraktionen, Untersuchung 458
Phenolverbindungen, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 233
Phenylaceton, Nachweis 315
Phenylacetylharnstoff, Nachweis 232
5-Phenyl-5-äthylhexahydropyrimidin-4,6-dion, Nachweis 232
DL-β-Phenylalanin, R_f-Wert 172
N-Phenylanthranilsäure, Indicator zur Bestimmung von Molybdän(V) mit Natriumvanadat 164
Phenylbrenztraubensäure, Bestimmung im Harn 396

1-Phenyl-butan-3-on, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Phenylendiamine, Bestimmung 47
Phenylfluoronderivate. zur Bestimmung von Germanium. Zirkonium und Titan 140
Phenylhydrazin, Nachweis 455; Bestimmung 40
Phenylhydrazinderivate, Nachweis 455
Phenylhydrazindithiocarbaminsäure, als analytisches Reagens 42
Phenylhydrazone, Nachweis 455; Bestimmung 451
Phenylosazonderivate, Bestimmung 451
3-Phenylpropionaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Phenylquecksilbernitrat, Bestimmung in pharmazeutischen und kosmetischen Zubereitungen 307
Phenylquecksilberverbindungen, Bestimmung in tierischen Geweben 308
α-Phenylzimtsäurenitril, polarographische Bestimmung 451
Phloroglucin, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Phosphat, chemichromatographische Bestimmung 269; Abtrennung 362; Einfluß auf die Analyse von Metallen der Kupfer- sowie der Eisen-Aluminiumgruppe 41; Einfluß von primärem Phosphat auf die ÄDTA-Bestimmung 418; Bestimmung von Aluminium neben Phosphat 129
Phosphate, Bestimmung des Sauerstoff-18-Gehaltes 145; Bestimmung von ÄDTA neben kondensierten Phosphaten 416
Phosphatide, Rundfilterpapierchromatographische Bestimmung 394; Bestimmung in der Aortenwand 393
Phosphationen, Einfluß auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung 124
Phosphatmineralien, Bestimmung von Fluor 436
Phosphor, Mikrobestimmung 378; Bestimmung als Molybdänheteropolysäure 37, 140; spektrochemische Bestimmung 357; in Aluminium und Aluminiumlegierungen 357; Bestimmung in Stählen 222, 357; in Dünge-, Futter- und Nahrungsmitteln 289
Phosphornitrilchlorid, Unterscheidung von anderen Phosphorsäurederivaten 145
Phosphorpentoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Phosphorsäure, Bestimmung 303; der gesamtwasserlöslichen und citratlöslichen Phosphorsäure in Düngemitteln 288; Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, K, Na, Ca, Sr in Flammen 424
Phosphorsäuren, Unterscheidung 145
Phosphorverbindungen, Bestimmung in Kinderblut 309
Phosphovanadowolframsäure, bei der Bestimmung kleiner Mengen Vanadium 146
Photometrische Titrationen, Zusammenstellung der Arbeiten von 1954 bis 1957 425
Phthalocyanin, Bestimmung von metallfreiem Phthalocyanin 13
Phthalocyanine, vanadametrische Bestimmung 11
Phthalylsulfacetamid, Kristallreaktionen 64
Phthalylsulfathiazol, Kristallreaktionen 64
Pigmente, papierchromatographische Trennung der Chloroplasten-Pigmente 296
Pikrinsäure, Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369
α-(Piperidyl)-benzhydrole, papierchromatographisches Verhalten 63
3-(1-Piperidyl)-1-phenyl-1-cyclohexyl-1-propanolhydrochlorid, Untersuchung 64
Piperin, Farbreaktion 72
Pipradol, papierchromatographisches Verhalten 63
Plasma, Bestimmung von Aldosacchariden 400; von polyungesättigten Säuren in den Lipoiden des Plasmas 74
Plasmaaminoxydase-Aktivität, Bestimmung 160
Plasmakatalase-Aktivität, Bestimmung 79
Platin, Abtrennung isomerer cis-trans-Komplexverbindungen 377
Plating-Methode, zur Bestimmung der Radioaktivität im Boden 286
Pleocidin, chromatographische Untersuchung 73
Plutonium, Bestimmung des Isotopenverhältnisses 138; Bestimmung von Plutonium-241 in Plutoniumproben 139; Nachweis von Ablagerungen bei Menschen 308
Plutonium-239, Bestimmung von Americium-241 139
Plutonium-241, Bestimmung in Plutoniumproben 139

Polarisationskapazität, Messung 433
Polarisationsspannungstitration 431
Polarisationswiderstand, Messung am Quecksilbertropfen 433
Polarographie, Polarograph mit automatischer Korrektur für das Indicatorelektrodenpotential 435; verbesserter Wechselstrompolarograph 35; Gefäß für Serienanalysen 434; Anwendung der Strom-Polarographie 432; Beispiel für nichtadditive polarographische Diffusionsströme 34; Polarographie ohne Entfernung von Sauerstoff 36; Anwendung zur Untersuchung von Eluaten aus Austauschersäulen 364, 365; Untersuchung von Metallen in Thiosulfatlösungen 35; oscillopolarographische Bestimmung einiger Metalle 35
Polarography in Medicine, Biochemistry, and Pharmacy (Březina und Zuman) 230 [L]
Polyäthylen, Bestimmung von Al und Ti in Niederdruckpolyäthylen 299
Polyalkohole, Abtrennung von Glycerin 54
Polyester, Bestimmung von Maleinsäuregruppen 298
Polyfos, Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA 418
Polygard, Bestimmung in synthetischem Gummi und Latex 298
Polymerisationskatalysatoren, Bestimmung von Ti^{IV} neben Ti^{III} in Normaldruckpolyäthylen-Polymerisationskatalysatoren 299
Polyphosphat, Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung 418
Polysulfide, Bestimmung neben anderen Schwefelverbindungen durch Oxydation mit Jod und Brom 150
Polythionate, polarographische Untersuchung 150
Ponceau 3 R, Verhalten bei der Papierelektrophorese von Lebensmitteln 205
Ponceau 4 R, Verhalten bei der Papierelektrophorese von Lebensmitteln 205
Ponceau MX, Verhalten bei der Papierelektrophorese von Lebensmitteln 205
Porphyrine, Nachweis und Bestimmung im Harn 319, 400
Potentiometrie, Anwendung der differentiellen elektrolytischen Potentiometrie 431; acidimetrische Titrationen an der Kette Glaselektrode-Silberelektrode in Pyridin 431
Preßmassen, Bestimmung von Hexamethylentetramin 300
Primidon, Nachweis 232
Procainhydrochlorid, Reaktion mit Penicillin 73
Procain-Penicillin, Bestimmung 237
Proceedings of the Colloquium Spectroscopium Internationale VI, Amsterdam 1956 (v. Tongeren, Freese und van Someren) 356 [L]
Proceedings of the Congress on Modern Analytical Chemistry in Industry (Society for Analytical Chemistry) 276 [L]
L-Prolin, R_f-Wert 172
Promethium-147, Bestimmung durch γ-Strahlenspektroskopie 359
Propan, gaschromatographische Bestimmung 428
Propanol, bromatometrische Bestimmung von Isopropanol neben Propanol 245
Propanthelin, Farbreaktion 72
p-Propioanisolaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
n-Propylacetal, Verhalten im Massenspektrometer 451
Propylen, gaschromatographische Bestimmung 428
Protactinium-234, Abtrennung 367
Protargol, Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber 61
Proteine, Unterdrückung elektroendosmotischer Effekte bei der Elektrophorese in Gelen 397; Elektrophorese in einem Dichtegradienten 398; Nachweis in Blasensteinen 307; Bestimmung des radioaktiven Jods in Proteinen 313; von Hexosen in Serumproteinen 318
Proteinhydrolysate, Nachweis von Hydroxyaminosäuren 238
Protocatechualdehyd, Farbreaktion mit Titan 343, 344
Protocatechusäure, Farbreaktion mit Titan 343, 344
Pseudoyohimbin, Farbreaktion 72
D-Pulegon, colorimetrische Bestimmung 65
Purpurin, Bestimmung 59
Pyridin, Verwendung als Lösungsmittel für acidimetrische potentiometrische Titrationen 431; zur colorimetrischen Bestimmung von Uran(VI) 135; Titrationskurve 383
Pyridinabkömmlinge, Titration 384
Pyridin-(2-azo-2)-amino-1-hydroxy-8-naphthalin-3,6-disulfonsäure, als Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Kupfer 44

Pyridin-(2-azo-2)-chromotropsäure, als Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Kupfer 44
Pyridinazofarbstoffe, als chelatometrische Indicatoren 44
Pyridin-(2-azo-4)-resorcin, als Indicator bei chelatometrischen Titrationen 44
Pyridinmetallkomplexe, Mitfällung von Zink 126
1-(2-Pyridylazo)-naphthol, zur Bestimmung von Uran 135
Pyrite, Bestimmung von Pb, Cu und Zn 281
Pyrogallol, Farbreaktion mit Titan 343, 344
Pyrogallolcarbonsäure, Farbreaktion mit Titan 343, 344
Pyrogalloldisulfonsäure, Farbreaktion des Dikaliumsalzes mit Titan 343
Pyrophosphat, Einfluß auf die ÄDTA-Bestimmung 418
Pyrrolidindithiocarbaminat, zur Trennung von Niob und Tantal 149

Quaternäre Ammoniumverbindungen, Verwendung als Reagentien auf Flavone 456; Nachweis 449
Quecksilber, Bestimmung 47; durch Reduktion mit Natriumformiat 127; Bestimmung mit Cadion 371; amperometrische Bestimmung 41; maßanalytische Bestimmung von Quecksilber(II) in Anwesenheit von Thiofluorescein als Indicator 351; Trennung von Zink und Cadmium 126; Bestimmung in Erzen mit kleinem Quecksilbergehalt 278; in organischen Verbindungen 354; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Schwermetallen neben Quecksilber 353
Quecksilber(I), dichromatometrische Bestimmung 247
Quecksilber(II)-nitrat, als Reduktionsmittel in alkalischem Medium 109
Quecksilbertropfelektrode, zur Differential-Voltammetrie 36
Quecksilbertropfen, Messung des Polarisationswiderstandes am Quecksilbertropfen 433
Quecksilberverbindungen, Bestimmung organischer Quecksilberverbindungen 307
Quercetin, Nachweis in Pflanzenextrakten 383
Quercitrin, colorimetrische Bestimmung 233; Nachweis in Pflanzenextrakten 383

Radioaktivität, Bestimmung im Boden 286
Radioalbumin, zur Bestimmung des Blutvolumens 391
Radiocyanocobalamin, Nachweis 202
Radioindicatormethode, in der organischen Analyse 446
Radioisotope, zur quantitativen Papierchromatographie von Fettsäuren 382
Radiokohlenstoff, Meßmethoden 45
Radiometrische Titrationen mit Komplexbildnern 38
Raffinerieabwasser, Bestimmung von Öl 212
Reaktoren, Analyse verbrauchter Brennelemente von Atomkernreaktoren 228; Bestimmung von Uran und Kupfer in Brennmaterial von Homogenreaktoren 227; gaschromatographische Bestimmung von Verunreinigungen in Kühlgasen 229
Reaktorgraphit, Bestimmung von Kupferspuren 229
Reaktorprodukte, Bestimmung von Uran, Thorium, Sulfat und Fluorid 228
Redoxindicatoren, Mechanismus der Reaktion 161
Reduktionsmittel, Bestimmung anorganischer Reduktionsmittel 106
Reduktometrie, Bürette für reduktometrische Titrationen 47
β-Reflexstrahlung zur Analyse von komplizierten Systemen 37
Reinigungsmittel, Bestimmung von Äthylendiamintetraessigsäure 301
Reserpin, Einfluß von Zersetzungsprodukten auf die Reserpinbestimmung 236
Resorcin, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nitrit 144
Resorcinmonomethyläther, zum Nachweis und zur Bestimmung von Nitrit 144
Respirationsgase, Analyse 390
Rhabarbersaft, Säurebestimmung 197
Rhamnose, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139
Rhein, Bestimmung 59
Rhenium, Disproportionierung von Rhenium(V) 153
Rhodamin S, zur Bestimmung von Tellur 152
Rhodanid, Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369
Ribonucleinsäuren, Bestimmung der Radioaktivität von Ribonucleotiden ohne vorherige Reinigung der Ribonucleinsäuren 76

Ribonucleotide, Untersuchung der Radioaktivität ohne vorherige Reinigung der Ribonucleinsäuren 76
Rinden von Strychnos-Arten, Trennung der Curare-Alkaloide 234
Roggen, Differenzierung der Eiweißstoffe 199
Rubeanwasserstoffderivate, Brauchbarkeit in der Analyse 368
Rückenmarksflüssigkeit, siehe Cerebrospinalflüssigkeit
Ruthenium, Dimethyl- und Diäthylrubeansäure als Reagentien auf Ruthenium 445; Bestimmung 369
Rutil, Bestimmung in Titanweiß 281
Rutin, colorimetrische Bestimmung 233; Bestimmung in Herba Hyperici 67

Saccharide, Bestimmung von Aldosacchariden in Körperflüssigkeiten 400
Saccharum lactis, Feuchtigkeitsbestimmung 24
Säulenchromatographie, kontinuierliche Abnahme der in Eluiersäulen getrennten Zonen 363; Thermochromatographie über Einschlußverfahren 426
Säurealizarinschwarz SN, Indicator bei der Bestimmung von Calcium neben Magnesium 124
Säure-Base-Titration, vollautomatische Titriereinrichtung 48
Säuregruppen, Mikrobestimmung 378
Säuren, papierchromatographische Untersuchung 170; potentiometrische Titration schwacher Säuren in Pyridin 432; Bestimmung organischer Säuren nebeneinander 451; Bestimmung der Gesamtsäure und der flüchtigen Säuren in Fruchtsäften und Weinen 196; Bestimmung polyungesättigter Säuren in Lipoiden des Plasmas und der Gewebe 74
Salicylaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Salicylhydroxamsäure, zur Bestimmung von Vanadium in biologischem Material 309
Salicylsäure, Verwendung als Reagens auf Titan 2; Bestimmung mit Brommonochlorid 379; R_f-Wert 176; Abtrennung 451
Salpetersäure, papierchromatographiphische Trennung von Metallnitraten mit den Systemen Methylisobutylketon-Salpetersäure-Lithiumnitrat-Wasser und Diisopropyläther-Salpetersäure-Wasser 430; Einfluß auf die Zersetzungsgeschwindigkeit von Diäthyldithiocarbaminsäure 414
Salz, Bestimmung kleiner Jodmengen in jodiertem Salz 156
Salzsäure, Darstellung metallfreier Salzsäure 42; Einfluß auf die Zersetzungsgeschwindigkeit von Diäthyldithiocarbaminsäure 414
Samarium, Abtrennung durch Ionenaustausch 429
Sand, Bestimmung von Magnesium 288
Sandmischkulturen, Stoffgruppenanalyse 287
Sandoptal, Nachweis 231
Sauerstoff, Mikrobestimmung 378; gaschromatographische Bestimmung 361, 428; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229; Bestimmung des Partialdruckes des Blutes in vivo 310; Polarographie von Lösungen ohne Entfernung des Sauerstoffs 36
Sauerstoff-18, Bestimmung in Phosphaten 145
Sauerstoffbombenmethode, zur Testung von Fetten und Ölen 387
Scandium, Abtrennung durch Ionenaustausch 429
Schärfende Verbindungen, Nachweis im ätherischen Öl von Capsicum und Chilligewürzen 157
Schellfisch, Beurteilung der Verdorbenheit 200
Schiffsches Reagens, zur Bestimmung des Methanolgehaltes von Alkohol 321
Schilddrüsenprodukte, Trennung jodierter Schilddrüsenprodukte im menschlichen Harn 75
Schilling-Test auf perniciöse Anämie, Nachweis von Radiocyanocobalamin 202
Schlacken, Bestimmung von Calcium 284; von Fe, Al, Ca, Mg neben Mn in Siemens-Martinschlacke 291
Schmalz, Nachweis von Butylhydroxytoluol in Schweineschmalz 198
Schmelzen, polarographische Bestimmung von Jodid 440
Schneidstähle, Bestimmung von Blei 223
Schnelldrehstähle, Bestimmung von Vanadium und Chrom 147
Schwarzsand, Bestimmung von Thorium 133
Schwefel, Mikrobestimmung 378; spektrochemische Bestimmung 357; Bestimmung in technischen Gasen 209; im Stahl 357; in Kautschuk und Gummi-Chemikalien 297

Schwefeldioxyd, Bestimmung in der Luft 208
Schwefelkohlenstoff, Bestimmung 52
Schwefeloxyde, Bestimmung in Abgasen 210
Schwefelsäure, Bestimmung der Konzentration 151; Einfluß auf die Strahlungsintensität von Cs, K, Na, Ca, Sr in Flammen 424; auf die Zersetzungsgeschwindigkeit von Diäthyldithiocarbaminsäure 414
Schwefelsäurefabrikation, Bestimmung von Selen in den Materialien 293
Schwefelverbindungen, Bestimmung mit Hexacyanoferrat(III) 374
Schwefelwasserstoff, Mikrobestimmung 149; Bestimmung neben anderen Schwefelverbindungen durch Oxydation mit Jod und Brom 150; Bestimmung in Gasen 258
Schweflige Säure, Bestimmung neben anderen Schwefelverbindungen durch Oxydation mit Jod und Brom 150
Schweinemagen, Bestimmung von Mucin 54
Schweineschmalz, Trennung der gesättigten und ungesättigten Fettsäureester 455; Nachweis von Butylhydroxytoluol 198
Schweiß, Bestimmung von Chlorid 310; von Bromiden 311
Schwermetalle, Trennung durch focussierenden Ionenaustausch 366
Scintillations-Spektrometrie, zur Bestimmung der Radioaktivität im Boden 286
Seconal, Nachweis 231
Sedimentationsanalyse, quantitative Sedimentationsanalyse 369
Selen, Bestimmung in Materialien der Schwefelsäurefabrikation 293
Selen(IV), Bestimmung 145, 152
Seltene Erden, Mitfällungserscheinungen an Oxalaten 131; photometrische Bestimmung 131; Mikrotitration 130; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; durch focussierenden Ionenaustausch 366; Abtrennung von Eisen 376; Bestimmung in Uran 217; Bestimmung von Cer in Gemischen von Seltenen Erden 372
Semen Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 70
Semicarbazid, Bestimmung 40
Serin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 238; Bestimmung 237
DL-Serin, R_f-Wert 172, 176
Serum, Hochfrequenztitration von Kaninchenserum 74; Bestimmung von Calcium 306; von Bromiden 311; von Jod 311, 312; von Eisen 313; Nachweis von Ketonkörpern 314; Bestimmung von Xylose 398; Bewertung von Glucosebestimmungen 400; Bestimmung von Aldosacchariden 400; von Bilirubin 319; von Parathion und p-Nitrophenol 315; Unterdrückung elektroendosmotischer Effekte bei der Elektrophorese von Serumproteinen in Gelen 397; Analyse der Globuline 316; Trennung von Eiweiß, Fetten und Kohlenhydraten 397; Bestimmung des Trypsins bei Erkrankungen des Pankreas 77; von Acetylcholinesterase 78
Serumproteine, Bestimmung von Hexosen 318
Serumtrypsin, Bestimmung bei Erkrankung des Pankreas 77
Siccative, Metallgehalt 296
Siemens-Martin-Ofenschlacke, Bestimmung von Fe, Al, Ca, Mg neben Mn 291
Silanol, Bestimmung nach Hydrolyse von Alkoxysilanen 449
Silber, Bestimmung 47, 191; mit Phenylhydrazindithiocarbaminsäure 43; polarographische Bestimmung 121; gravimetrische Bestimmung 121; Titration mit Thioacetamid 122; Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber in pharmazeutischen Präparaten 61
Silberchlorid, gepreßtes Silberchlorid als Küvettenmaterial in der IR-Analyse 358
Silberdiacetylalbuminat, Einfluß auf die Bestimmung von Kaliumnitrat in Augenwässern 61
Silberelektrode, für potentiometrische acidimetrische Titrationen 431
Silber-Kupferlegierungen, Analyse mit Thioacetamid 122
Silbernitrat, Verwendung zur Bestimmung von Hexacyanoferrat(III) 442; Titration mit Natriumsulfidlösung in Diversscher Flüssigkeit 121
Silberthiocyanat, zur Bestimmung von Thiosulfat 374
Silicagel, Verwendung als Adsorptionsmittel zur Bestimmung von Geamtschwefel in technischen Gasen 209
Silicate, rasche Analyse 278; spektralanalytische Untersuchung 278; Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA in Waschmitteln 419; Bestimmung von Aluminium und Eisen 226
Silicium, Bestimmung als Molybdänheteropolysäure 37; Bestimmung in

binären Legierungen 227; in reinstem Eisen 223; Einfluß auf die Titanbestimmung 7
Silicium-Organoverbindungen, Analyse 50
Siliconöl DC-550, als stationäre Phase in der Gasverteilungschromatographie 361
Siloxen, Verwendung als Chemilumineszenz-Indicator in der Permanganometrie 187; bei cerimetrischen und chromatometrischen Titrationen 263
Sitosterin, Bestimmung in Tier- und Pflanzenfetten 388
Sojabohnenöl, Trennung der gesättigten und ungesättigten Fettsäureester 455
Solanaceen, Trennung der Alkaloide 236
Solanidin, Farbreaktion 72
Solanin, colorimetrische Bestimmung 72
Sorbinsäure, Bestimmung 201
Sorbit, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 140
Sorbose, Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139
Speichel, Bestimmung von Bromiden 311
Spektralanalyse, Verwendung des Vakuumgleitfunkens im fernen Ultraviolett 357; Elektrodenheizblock zur Lösungsspektralanalyse 357
Spektralgeräte, übergroße Spektralgeräte bei der Untersuchung von Eisen und Stahl 222
Spektralphotometer, Selbstbau eines Mikrospektralphotometers 46
Sphingosin, Bestimmung in Lipoiden 395
Spurenelemente, Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386
Spurenmetalle, Bestimmung in Stählen 222
Stärke, Bestimmung von Kupfer und Eisen 198
Stärkesirupe, Bestimmung von Kupfer und Eisen 198
Stahl, Untersuchung mit übergroßen Spektralgeräten 222; chromatographische Abtrennung von Niob und Tantal 224; Bestimmung von Aluminium 128; von Blei in Schneidstählen 223; von Phosphor und Schwefel 357; von Vanadium 148; von Vanadium und Chrom 147; Schnellbestimmung der einzelnen Komponenten in nichtmetallischen Einschlüssen 225; Analyse von Oxydeinschlüssen 224
Stearinsäure, analytische Kennzahlen des Cholesterinesters 454; Abtrennung 453
Steinkohlenbergbau, Laboratoriumsvorschriften für den Steinkohlenbergbau (Chemikerausschuß beim Steinkohlenbergbauverein Essen) 277 [L]
Steinobstsaft, Säurebestimmung 197
Sterine, Chromatographie von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen (Neher) 306 [L]; papierchromatographische Trennung von Sterinen aus Tier- und Pflanzenfetten 388; Bestimmung in der Aortenwand 393
Sterinester, Bestimmung in der Aortenwand 393
Steroide, Chromatographie von Sterinen, Steroiden und verwandten Verbindungen (Neher) 306 [L]
Stickstoff, Mikrobestimmung 378; Bestimmung nach Kjeldahl 49; Automatisierung der Bestimmung nach Pregl 27; Verwendbarkeit verschiedener Rohrfüllungen zur Stickstoffbestimmung 406; gaschromatographische Bestimmung 428; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229; in Petroleumdestillaten 461; Bestimmung von H_2S in Stickstoff 265
Stigmasterin, Bestimmung in Tier- und Pflanzenfetten 388
γ-Strahlenspektroskopie, Darstellung von Eichproben kleiner Strahlungsenergie 358
Streptothricin-Antibiotica, Analyse 73
Strom-Polarographie, Anwendung 432
Strontium, Farbreaktion 330; oscillopolarographische Bestimmung 35; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 113; Einfluß auf die Titanbestimmung 7
Strontium-90, Bestimmung durch γ-Strahlenspektroskopie 359
Strychnin, Abtrennung 235; elektrophoretische Abtrennung 69; Bestimmung in Strychninpräparaten 70
Strychnos-Arten, Trennung der Curare-Alkaloide 234
Succinylsulfathiazol, Kristallreaktionen 64
Sulfacetamid, Kristallreaktionen 64
Sulfachinoxalin, Kristallreaktionen 64
Sulfadiazin, Kristallreaktionen 64; Bestimmung 232
Sulfadimetin, Bestimmung 232
Sulfadimidin, Kristallreaktionen 64
Sulfa-Drogen, chronopotentiometrische Untersuchung 232
Sulfafurazol, Kristallreaktionen 64
Sulfaguanidin, Kristallreaktionen 64
Sulfamerazin, Kristallreaktionen 64

Sulfamethiazol, Kristallreaktionen 64
Sulfamethoxypyridazin, Kristallreaktionen 64
Sulfanilamid, Kristallreaktionen 64; Bestimmung 232
Sulfanilsäure, Farbreaktionen der Diazoniumsalze mit Rutin und Quercitrin 233
Sulfaphenylpyrazol, Kristallreaktionen 64
Sulfapyridin, Kristallreaktionen 64; Bestimmung 232
Sulfat, Bestimmung durch Reduktion zu Schwefelwasserstoff 151; durch Sedimentationsanalyse 369; neben Calcium und Magnesium 125; neben Chrom(III)-ionen 375; in Reaktorprodukten 228; Einfluß auf die flammenphotometrische Calciumbestimmung 124
Sulfathiazol, Kristallreaktionen 64; Bestimmung 232
Sulfaverbindungen, Kristallreaktionen 64
Sulfhydroxylgruppen, Mikrobestimmung 378
Sulfid, Oxydation mit alkalischem Permanganat 334; Bestimmung 374; mercurimetrische Bestimmung 258
Sulfisoxazol, Bestimmung 232
Sulfit, Bestimmung 374; Titration 108
Sulfosalicylsäure, Reagens auf Titan 3, 344
Suspensionsmethode, zur Bestimmung der Radioaktivität im Boden 287

Tabakrauch, Bestimmung von Nicotin 304
Tabellenbuch Chemie (Kaltofen, Pagels, Schumann und Ziemann) 208 [L]
Tabletten, Bestimmung von Reserpin 237
Talbutal, Nachweis 232
Talg, Trennung der gesättigten und ungesättigten Fettsäureester 455
Tantal, Abtrennung 362; von Niob 149; chromatographische Abtrennung im Stahl 224; Bestimmung in Titandioxydpigmenten 293
Tantal(V), Einfluß auf die Bestimmung von Titan 345
Targesin, Bestimmung von gebundenem und metallisch-kolloidalem Silber 61
Tartrazin, Verhalten bei der Papierelektrophorese von Lebensmitteln 205
Tartronsäure, Bestimmung im Gewebe 317
Teer, Aschebestimmung 458
Teeraschen, Bestimmung von Germanium 293
Teerfarbstoffe, Verhalten bei der Trennung durch Papierelektrophorese 205; Isolierung öllöslicher Teerfarbstoffe aus Lebensmitteln 206
Teerpech, Aschebestimmung 458
Tellur, fluorimetrische Bestimmung mit Rhodamin S 152; Bestimmung durch Reduktion mit Thiosemicarbazid 152
Tellur(IV), Bestimmung 152
Terephthalsäuredimethylester, Bestimmung von p-Toluylsäuremethylester 57
Tetrabutylammoniumhydroxyd, Anwendung zur Titration von 2,4-Dinitrophenylhydrazonen der Aldehyde und Ketone 450; von Phenolen und Carboxylsäuren in nichtwäßriger Lösung 384
Tetrachlorkohlenstoff, Titrationskurve 383; Beständigkeit der Diäthyldithiocarbaminsäure beim Schütteln von Tetrachlorkohlenstofflösungen mit wäßrigen Mineralsäuren 410
Tetrametaphosphimsäure, Unterscheidung von anderen Phosphorsäurederivaten 145
Tetramethylgerman, Analyse 50
Tetramethylzinn, Analyse 50
Tetranatriumpyrophosphat, Einfluß auf die Bestimmung von ÄDTA 418
Tetraphenylarsoniumsalze der Polyphenolchelate, zum Nachweis von Titan 342
Tetraphenylblei, R_f-Wert 381
Tetraphenyl-diboroxyd, Reagens auf Flavone 456
Tetraphenylzinn, R_f-Wert 381
Tetrathionat, Bestimmung 150, 374
Thallium, Bestimmung mit Oxinderivaten 42; mit Dithizon 373; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35; Titration mit Thioacetamid 122; Bestimmung in Cadmiummetall 213; in Zinn-Cadmiumlegierungen 217
Thallium(I), Bestimmung 431
Thebain, Farbreaktion 72
Theobromin, Bestimmung 69; elektrophoretische Abtrennung 69
Theophyllin, Bestimmung 69; elektrophoretische Abtrennung 69
Thermochromatographie, über Einschlußverfahren 426
Thermowaage nach Chévenard 48
Thiamin, Bestimmung mit 6-Aminothymol 388; Abtrennung 158
Thiamylal, Nachweis 232

Thioacetamid, zur Titration verschiedener Metalle 122; bei der Mitfällung von Zink an Kupfersulfid 126
Thioäther, Bestimmung 446
Thiofluoresce in, Indicator bei der Quecksilber(II)-Bestimmung 351
Thiolgruppen, Bestimmung 379
Thiomersal, Bestimmung in pharmazeutischen und kosmetischen Zubereitungen 307
Thiooxin, Anwendung zur Bestimmung von Kupfer 119; von Palladium 154
Thiophenole, Nachweis 315; Abtrennung 451
Thiophosphorsäure, Bestimmung 303
Thioschwefelsäure, Bestimmung neben anderen Schwefelverbindungen durch Oxydation mit Jod und Brom 150
Thiosemicarbazid, zur Bestimmung von Tellur als Metall 152
Thiosulfat, Bestimmung 150, 374; colorimetrische Bestimmung 374; Titration 108
Thiosulfatlösungen, zur polarographischen Untersuchung von Metallen 35
Thorin, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
Thorium, Zusammensetzung des Komplexes mit Thoron 133; Bestimmung 39; Einfluß verschiedener Metalle auf die Bestimmung 256; Bestimmung mit o-Kresolsäure 254; mit Azofarbstoffen 133; Abtrennung 362; durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Uranlegierungen mit Wolfram oder Titan 218; in Reaktorprodukten 228; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; Bestimmung von Uran neben Thorium 136
Thorium-234, Abtrennung 367; von Uran durch Anionenaustausch 133
Thorium-Äthylendiamintetraessigsäurekomplexe, Verhalten an Anionenaustauschersäulen 367
Thoriumionen, R_f-Wert 430
Thoriumlegierungen, Bestimmung von Cer 132
Thoriumoxyd, Bestimmung in Wolframdraht 221; Bestimmung von Lanthan 293
Thoron, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
Thoronol, Zusammensetzung des Thoriumkomplexes 133
Threonin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 238; Bestimmung 237
DL-Threonin, R_f-Wert 172
Thymin, polarographische Bestimmung 159
Thymol, Reagens auf Titan 3
Thyronin, Identifizierung jodierter Derivate 239
Thyroxin, Farbreaktion 239; Identifizierung 239
Tiere, Bestimmung von Lysozym im Magensaft 77
Tierfette, papierchromatographische Trennung der Sterine 388
Tierische Gewebe, Bestimmung von Phenylquecksilberverbindungen 308
Tierische Produkte, Bestimmung von Vitamin C 203
Tinctura Strychni, Bestimmung von Strychnin und Brucin 70
Tiron, Reagens auf Titan 2; bei der Trennung von drei- und vierwertigen von zweiwertigen Metallen durch Ionenaustausch 429
Titan, Farbreaktionen mit Phenolderivaten 343, 344; Nachweis als Tetraphenylarsoniumsalz der Polyphenolchelate 342; spektrometrische Bestimmung von Spuren 1; photometrische Bestimmung 142; Abtrennung 362; durch Ionenaustausch 429; Abtrennung bei der Thorium- und Zirkoniumbestimmung 256; von Nikkel, Eisen(II) und Chrom 142; Bestimmung in Aluminiumlegierungen 214; in titanhaltigen Tonen 285; in Niederdruckpolyäthylen 299; von Ti^{III} neben Ti^{III} in Normaldruckpolyäthylen-Polymerisationskatalysatoren 299; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; Bestimmung von Kupfer neben Titan 220; von Aluminium 129; von Kobaltspuren in Titanmetall 220
Titan(III), Bestimmung 194
Titan(IV), Bestimmung mit Phenylfluoronderivaten 140
Titanarsenat, Untersuchung in der Analyse 38
Titan(IV)-diäthyldithiocarbaminat, Anwendbarkeit in der chemischen Analyse 43
Titandioxyd, Bestimmung im Stahl 225
Titandioxydpigmente, Bestimmung von Tantal und Niob 293
Titanlegierungen, Bestimmung von Kupfer 220
Titanoxyd, Bestimmung in Silicaten 279
Titan-Uranlegierungen, Bestimmung von Thorium 218
Titanweiß, Bestimmung von Anatas und Rutil 281
Titrationen, Zusammenstellung der Arbeiten über photometrische Titrationen von 1954—1957 425

Titriereinrichtung, für Säure-Base-Titrationen 48
Tocopherol, Bestimmung in oxydierten Fetten 389
DL-α-Tocopherolacetat, Bestimmung 204
Toluol, Verwendung als Lösungsmittel für die Titration von Phenolen und Carboxylsäuren 384; Titrationskurve 383
Toluol-3,4-dithiol, zur Bestimmung von Molybdän in U, Mo-U- und Mo-Nb-Gemischen 218
p-Toluylsäuremethylester, Bestimmung neben Terephthalsäuredimethylester 57
Tomatensaft, Säurebestimmung 197
Tomatin, Farbreaktion 72
Ton, Bestimmung von Lithium in chinesischem Ton 281; von Titan und Eisen in titanhaltigen Tonen 285
Tonerde, Bestimmung im Stahl 224
Traubensaft, Säurebestimmung 197
Triäthoxymethan, Verhalten im Massenspektrometer 451
1,1,1-Triäthoxypropan, Verhalten im Massenspektrometer 451
Triäthylbleichlorid, R_f-Wert 381
Triäthylbleinitrat, R_f-Wert 381
Triäthylenglykol, als stationäre Phase in der Gasverteilungschromatographie 360, 361
Triäthylzinnchlorid, R_f-Wert 381
Tributylphosphat, zur Extraktion von Uran 136
Trichloräthanol, Bestimmung 53
Trichloressigsäure, Bestimmung 53
2-Tridecanon, Nachweis 315
2,3,7-Trihydroxy-9-(nitrophenyl)-fluoron, zur Bestimmung von Ge, Zr und Ti 140
2,3,7-Trihydroxy-9-(2′-sulfophenyl)-fluoron, zur Bestimmung von Ge, Zr und Ti 140
Trijodthyronin, Farbreaktion und Identifizierung 239
Trikresylphosphat, als stationäre Phase in der Gasverteilungschromatographie 361
Trimetaphosphimsäure, Unterscheidung von anderen Phosphorsäurederivaten 145
Trimethadion, Nachweis 232
1,1,1-Trimethoxyäthan, Verhalten im Massenspektrometer 451
1,1,1-Trimethoxy-n-pentan, Verhalten im Massenspektrometer 451
1,1,1-Trimethoxypropan, Verhalten im Massenspektrometer 451
1,3,3-Trimethoxypropen, Verhalten im Massenspektrometer 451
Trimethyläthoxysilan, Analyse 50
Trimethylamin, bei der Beurteilung der Verdorbenheit von Fischen 200
β-Trimethylaminoäthanol, Bestimmung von Carnitin neben β-Trimethylaminoäthanol 395
β-Trimethylaminoessigsäure, Bestimmung von Carnitin neben β-Trimethylaminoessigsäure 395
γ-Trimethylamino-β-hydroxybuttersäure, Bestimmung neben Cholin und Betain 395
1,2,3-Trimethylbenzol, Identifizierung in Erdölprodukten 461
Trimethylbleichlorid, R_f-Wert 381
Trimethylchlorsilan, Analyse 50
3,5,5-Trimethyloxazolin-2,4-dion, Nachweis 232
Trinkwasser, Bestimmung von Fluorid 437
Triphenylbleichlorid, R_f-Wert 381
Triphenylmethanfarbstoffe, Titration 59
Triphenylzinnchlorid, R_f-Wert 381
Tris-nonylphenylphosphit, Bestimmung in synthetischem Gummi und Latex 298
Trithionat, Bestimmung 150
Tritium, Untersuchung von Gemischen mit Wasserstoff und Deuterium 116; Bestimmung in Wasserproben 211
Tryptophan, Farbreaktion 239; Nachweis neben 20 anderen Aminosäuren 238; Bestimmung 237
L-Tryptophan, R_f-Wert 172
Tyrosin, Farbreaktion 239; Identifizierung jodierter Derivate 239
L-Tyrosin, R_f-Wert 172

Uconfluid DLB-190b, als stationäre Phase in der Gasverteilungschromatographie 361
Ultraviolett, Verwendung des Vakuumgleitfunkens in der Spektralanalyse des fernen Ultravioletts 357
2-Undecanon, Nachweis 315
Ungesättigte Verbindungen, Bestimmung mittels katalytischer Hydrierung 447
Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser (HÖLL) 207 [L]
Uracil, polarographische Bestimmung 159
Uran, Extraktion mit Tributylphosphat und Bestimmung mit Morin 136; Bestimmung mit 1-(2-Pyridylazo)-naphthol 135; Mikrobestimmung mit Aluminon 134; Bestimmung mit Äthylendiamintetraessigsäure 134; gravimetrische Bestimmung durch

Fällung mit Kupferron 134; Abtrennung 362; von Thorium-234 133; von Wismut 137; Bestimmung in Reaktorprodukten 228; in Brennmaterial von Homogenreaktoren 227; spektrochemische Reinheitsprüfung 222; Bestimmung Seltener Erden 217; von Lanthan 293; von Molybdän 218
Uran(IV), Bestimmung 423; colorimetrische Bestimmung 135; Einfluß auf die Bestimmung von Titan 345; auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256
Uranchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Uran-Molybdängemische, Bestimmung von Molybdän 218
Uran-Titanlegierungen, Bestimmung von Thorium 218
Uran-Wolframlegierungen, Bestimmung von Thorium 218
Uranylionen, R_f-Wert 430
Uranylnitrat, Abtrennung von Thorium-234 367
Urin, Bestimmung von Magnesium 306; von Calcium 306; von Bromid 311; von Jod 311; von Eisen 392; Nachweis von Ketonkörpern 314; Bestimmung von Xylose 398; von Glucose 399; von p-Nitrophenol 316; von Phenylquecksilberverbindungen 308; von Porphyrinen 319; Identifizierung der 17-Ketosteroide 240; siehe auch Harn
Uroporphyrin, Nachweis und Bestimmung im Harn 400
Uroporphyrin I-methylester, Bestimmung im Urin 319

Vakuumgleitfunken, Verwendung in der Spektralanalyse im fernen Ultraviolett 357
Valin, Bestimmung 237; in Weizen und Roggen 200
D,L-Valin, R_f-Wert 172
Valmid, Nachweis 232
Vanadametrie, Bestimmung von Phthalocyaninen 11
Vanadat, Verwendung zur oxydimetrischen Bestimmung von Molybdän(V) 161; Bestimmung 431; Abtrennung 362
Vanadium, Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Nachweis mit Äthylenglykol-bis-(β-aminoäthyläther)-N,N′-tetraessigsäure 376; Bestimmung 39; Bestimmung kleiner Mengen 146; photometrische Bestimmung mit Wasserstoffperoxyd 339; Bestimmung durch photometrische Titration 147; potentiometrische Bestimmung 120; Abtrennung 148; Bestimmung von Spuren in verschiedenen Materialien 146; Bestimmung in biologischem Material 309; Einfluß auf die Titanbestimmung 7
Vanadium(V), Bestimmung 193; Einfluß auf die Bestimmung von Titan 345
Verdorbenheit, Beurtelung von Fischen und Eiern 200
Verteilungschromatographie, Ursachen unsymmetrischer Zonen in der Gasflüssig-Verteilungschromatographie 360
Vinylbutyläther, Bestimmung von 2,2′-Azo-bis-isobutyronitril 464
Vitamin A, spektralphotometrische Bestimmung 157; Prüfung der Morton-Stubbs-Korrektur bei der spektralphotometrischen Bestimmung 202; chemische Bestimmung 201; Bestimmung von Vitamin D neben Vitamin A 389
Vitamin C, potentiometrische Bestimmung 203
Vitamin D, Bestimmung mit verschiedenen Röntgenmethoden 204; Bestimmung neben Vitamin A 389
Vitamin E, Bestimmung 204
Vitamine, Bestimmung 231; Bestimmung des Antipellagra-Vitamins in Lebensmitteln 202; Nachweis von Radiocyanocobalamin im Schilling-Test auf perniciöse Anämie 202; Bestimmung von Vitamin E in Vitamingemischen 205
Vitamine des B-Komplexes, Unterscheidung 158
Vollblut, Bestimmung von Kupfer und Kobalt 73

Waagen, Thermowaage nach Chévenard 48
Wachssäuren, Identifizierung von freien und als Ester gebundenen Wachssäuren 454
Wackenrodersche Flüssigkeit, polarographische Untersuchung 150
Waschmittel, Bestimmung von ÄDTA 419
Wasser, Untersuchung, Beurteilung, Aufbereitung von Wasser (Höll) 207 [L]; Lage und Temperaturabhängigkeit der Absorptionsbanden 116; unsymmetrische Zonen in der Gasflüssig-verteilungschromatographie 360; Bestimmung in Butter 156; in

Silicaten 280; Bestimmung von Tritium 211; von Magnesium in Mineralwässern 288; des Boratgehaltes und der Alkalität von Meerwasser 211; von Nitrit 144; von Fluorid in Trinkwasser 437; von Chlorid 212; von Jod 311; von Öl in Raffinerieabwasser 212; siehe auch Feuchtigkeit
Wasser-Äthanolgemische, Bestimmung von Methanol 52
Wasserbindungsvermögen, Bestimmung in Fleisch 388
Wasserstoff, Mikrobestimmung 378; gaschromatographische Bestimmung 428; Analyse von Gemischen mit Deuterium und Tritium 116; Bestimmung im Kühlgas eines Kernreaktors 229
Wasserstoffperoxyd, als Reagens auf Titan 2; zur photometrischen Bestimmung von Vanadium 339; Bestimmung 195, 265
Wechselstrompolarograph 35
Wein, Erkennung naturreiner Weine an Hand des K-Wertes 197; Bestimmung der Gesamtsäure und der flüchtigen Säure 196; von Weinsäure 387
Weingeist, Prüfung auf Benzol 231
Weinsäure, Bestimmung 40; R_f-Wert 176; Bestimmung im Wein 387
Weißmetall, titrimetrische Analyse 219
Weizen, Differenzierung der Eiweißstoffe 199
Wismut, Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; polarographische Bestimmung 36; oscillopolarographische Bestimmung 35; Bestimmung durch Rücktitration mit Quecksilber(II)-nitrat 109; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; Untersuchung von Gemischen mit verschiedenen Metallen 114; von Gemischen mit Magnesium, Strontium und Barium 113; von Gemischen mit Aluminium, Calcium oder Magnesium 113; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Abtrennung von Uran 137; Bestimmung in reinstem Zink 213; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Spuren Eisen 221
Wismut-210, Abtrennung 367
Wofatit KPS 200, zur Bestimmung von Nicotinsäure 65
Wolfram, Analyse von Gemischen mit Eisen und Molybdän 37; Abtrennung 148
Wolframat, Abtrennung 362
Wolframdraht, Bestimmung von ThO_2 221
Wolfram-Hartmetalle, spektrochemische Analyse 221
Wolfram-Uranlegierungen, Bestimmung von Thorium 218
Wurzeln von Strychnos-Arten, Trennung der Curare-Alkaloide 234

Xanthopurinalkaloide, Bestimmung 69
Xylocain, Bestimmung 385
Xylol, Titrationskurve 383
Xylose, Bestimmung in Urin und Serum 398; Einfluß auf die colorimetrische Kieselsäurebestimmung 139

Yohimbin, Farbreaktion 72
Ytterbium, Mitfällungserscheinungen 131
Yttrium, Farbreaktion 330; Mitfällungserscheinungen 131; Bestimmung mit Oxinderivaten 42; photometrische Bestimmung 131; Bestimmung durch focussierenden Ionenaustausch 366; Abtrennung durch Ionenaustausch 429
Yttriumoxalat, Löslichkeitsprodukt und andere Eigenschaften 130

Zimtaldehyd, R_f-Wert und Farbreaktion des 2,4-Dinitrophenylhydrazons 450
Zimtsäurenitril, polarographische Bestimmung 451
Zincon, Anwendung als Indicator bei der Calciumbestimmung 124
Zink, Verwendung zum Nachweis von Zinn und Antimon 141; zur Titration von Äthylendiamintetraessigsäure 40; Farbreaktion 330; Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Mitfällung an Kupfersulfid mit Thioacetamid 126; Mitfällung an Metallpyridinkomplexen 126; Bestimmung 331; mit Oxinderivaten 42; polarographische Bestimmung 36; polarographische Untersuchung in Thiosulfatlösungen 35; oscillopolarographische Bestimmung 35; chelatometrische Bestimmung mit Pyridin-(2-azo-4)-resorcin als Indicator 44; Bestimmung durch Sedimentationsanalyse 369; Bestimmung neben Quecksilber 354; Untersuchung von Gemischen mit Wismut 114; Abtrennung 362; durch Ionenaustausch 429; Trennung von Quecksilber und Cadmium 126; Bestimmung in Getreide und Nahrungsmitteln 386; in Legierungen

216; in Kupferlegierungen 216; in Magnesiumlegierungen 216; Einfluß von Magnesium auf die Bestimmung von Zink in Aluminium 215; Bestimmung in Pyriten, Markasiten und Kiesabbränden 281; in Kautschuk 297; in Siccativen 296; Einfluß auf die Zirkonium- und Thoriumbestimmung 256; Bestimmung von Cu, Bi und Pb 213
Zink-65, Bestimmung 46
Zinkaluminat, Untersuchung in der Analyse 38
Zinkchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Zinklegierungen, Bestimmung von Aluminium 216
Zinksulfid, Mitfällung von Kobalt(II) 444
Zinksulfidphosphore, Bestimmung von Chlor, Brom und Jod 290
Zinn, Extraktion des Carbaminates aus stark saurer Lösung 402; Nachweis 141; Bestimmung 37; oscillopolarographische Bestimmung 35; Abtrennung durch Ionenaustausch 429; Bestimmung in Bronze und Messing 212; Bestimmung in Weißmetall 219
Zinn-113, Bestimmung 46
Zinn(II), Bestimmung 192
Zinn(IV), Bestimmung 152; Einfluß auf die Germaniumbestimmung 347
Zinn-Cadmiumlegierungen, Bestimmung von Thallium 217
Zinn(II)-chlorid, R_f-Wert 381; Titration 108
Zinn-Organoverbindungen, Analyse 50
Zinntetraphenyl, R_f-Wert 381
Zirkonium, Farbreaktion 330; Einfluß verschiedener Metalle auf die Bestimmung 256; Bestimmung mit o-Kresolsäure 254; geringer Mengen mit Brenzcatechinviolett 143; Abtrennung 362; Bestimmung in Ferrozirkon 226; Einfluß auf die Lanthanbanden 293; Bestimmung von Kupfer in Zirkonium 220
Zirkonium(IV), Bestimmung mit Phenylfluoronderivaten 140; Einfluß auf die Bestimmung von Titan 344
Zirkoniumarsenat, Untersuchung in der Analyse 38
Zirkoniumchromit, Untersuchung in der Analyse 38
Zirkoniumlegierungen, Bestimmung von Kupfer 220
Zirkoniummetall, Bestimmung von Kobaltspuren 220
Zonenlokalisation, Entladungsmethoden zur Lokalisation von Zonen in Papierchromatogrammen 430
Zucker, Bestimmung in Lebensmitteln 199; Einfluß reduzierender Zucker auf die colorimetrische Bestimmung von Kieselsäure 139
Zuckergemische, reduktometrische Bestimmung in Lebensmitteln 199
Zweistoffgemische, Analyse 38